Journal of Metallurgical and Materials Engineering, 35, 3. 2024.(67-82)

Ferdowsi University of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

https://jmme.um.ac.ir

Iron&Steel Society of Iran

Effect of cold rolling on the microstructure and texture evolution of API 5L X70 steel in normal in 45°-tilted cross sections*

Research Article

Seyed Hossein Hosseini Mortazavi[1], Mostafa Mirjalili[2], Mohammad Hadi Moayed[3], Gholamreza Ebrahimi[4], Ghasem Barati Darband[5]

DOI: 10.22067/jmme.2024.87104.1146

1- Introduction

Due to the rising demand for oil and natural gas, energy companies have been compelled to explore these resources in harsh and cold environments such as Arctic climate. In this regard, High-strength low-alloy (HSLA) steels due to their high strength, desirable toughness, and good weldability are considered as the best options for use in sour gas environments, such as natural gas pipeline. These pipeline steels characterized by their low carbon bainitic microstructures, consisting of bainitic ferrite phase and martensite and/or austenite microconstituents (MA islands). However, when these steels are exposed to hydrogen atoms generated during the corrosion process, they can undergo failure through mechanisms known as hydrogen-induced cracking (HIC). The HIC susceptibility in all pipeline steels is influenced by some factors such as the types of presented phases, texture, distribution of misorientation angles, and the nature of grain boundaries. To the best of our knowledge, the majority of research has concentrated on investigating the influence of hot and warm rolling (various TMCP schedules) on microstructure and texture evolution of an industrially-manufactured pipeline steel. Therefore, the objective of our current study is to examine the effects of cold rolling on the microstructure and texture evolution of API 5L X70 pipeline steel across two different surfaces.

2- Experimental

In this study, experiments were conducted on API 5L X70 pipeline steel with an initial thickness of one inch and the chemical composition of table 1.

Table 1. Quantometer results. The chemical composition of the "as-received" API 5L X70 steel

C	0.166
Si	0.435
Mn	1.676
P	0.009
S	0.005
Cr	0.094
Mo	0.309
Ni	0.270
Nb	0.040
Ti	0.012
V	0.005

The prepared samples were subjected to an 80% reduction in thickness through cold rolling at room temperature. Another set of samples was subjected to solution annealing for texture-related calculations (texture parameters). These samples were heated to 1200°C for one hour and then air-cooled. Subsequently, laboratory equipment such as X-ray diffraction (XRD) equipped with a goniometer, field emission scanning electron microscope (FESEM), and optical microscope were used to examine the microstructural and texture changes of the samples in two sections: the normal surface and the surface at a 45° angle. These two sections were selected to demonstrate the angle between two important crystallographic planes, (100) and (110), as shown in figure 1 (a) to (c).

Manuscript received: March 2, 2024 Revised, May 8, 2024, Accepted, June 23, 2024.

[1] Ph.D. Graduate in Materials Engineering, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.

[2] Corresponding author: Assistant Professor, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran. **Email**: mirjalili@um.ac.ir.

[3] Professor, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.

[4] Professor, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.

[5] Assistant Professor, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.

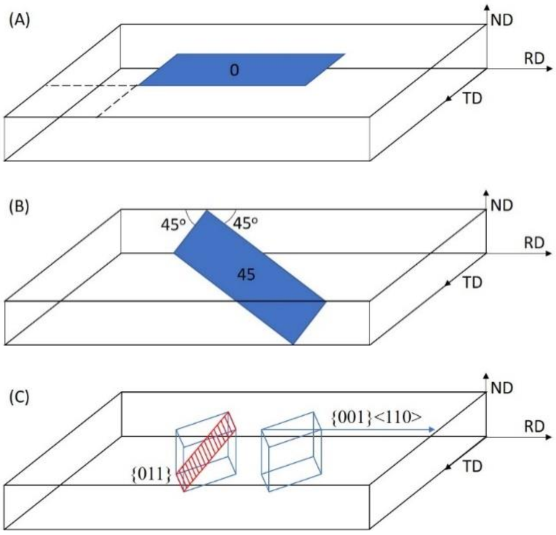


Figure 1. Cutting directions. A) cut from the normal surface, B) cut from twice-tilted cross section with 45° angles relative to the normal surface, and C) the important crystallographic planes of {001} and {011} are associated with the dominant {100}<110> texture component when it is present in the surface.

3- Result and discussion

FESEM and optical microscopy analyses revealed that the initial sample had a fine-grained microstructure comprising a ferritic matrix phase with a banded morphology of secondary phases of upper bainite, along with retained martensite/austenite islands. Additionally, the initial microstructure predominantly consisted of equiaxed grains, which transformed into a microstructure with elongated grain morphology in the normal surface, and especially in the 45° surface, after cold working.

Crystallographic texture changes analysis by X-ray diffraction (XRD) indicated that the density of {100} crystallographic planes decreased on the surface as a result of the applied cold work, while the density of {110} crystallographic planes increased simultaneously. Moreover, the results demonstrated that {100} crystallographic planes on the 45° section of the sample replaced the {110} crystallographic planes (as shown in figure 2).

Texture parameter calculations for the initial sample showed that its normal surface had a predominant cube or rotated cube texture components of {100} crystallographic planes with a relatively high texture parameter. The 45° section of the initial sample exhibited a strengthened Goss or rotated Goss texture components of {110} crystallographic planes, confirming the surface texture. However, for the cold-worked sample, it was shown that, contrary to the normal surface texture, the 45° section exhibited a dominant cube texture component and a weakened Goss texture component, while the amount of Goss texture component weakening being significantly greater than the amount of cube texture components strengthening (as shown in table 2).

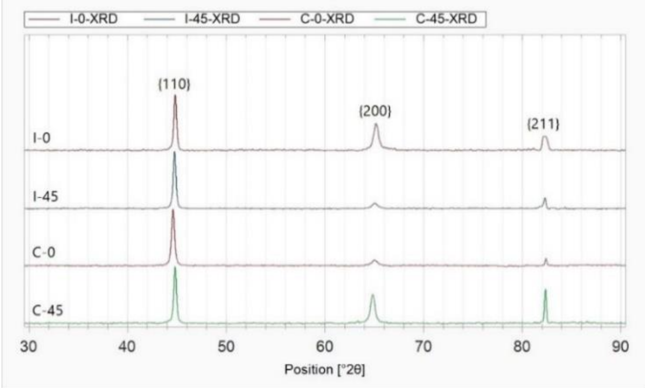


Figure 2. Comparison of the X-ray diffraction results of the initial and cold work samples in two surface cutting sections.

Table 2. Texture parameters for each peak in each sample

Sample name	Texture Parameter		
	T.P. {110}	T.P. {200}	T.P. {211}
I - 0	0.468	1.879	0.653
I - 45	1.921	0.821	1.164
C - 0	1.167	0.980	0.852
C - 45	0.346	1.464	1.190

4- Conclusions

The important results of this research could be summarized as follows:

1) FESEM and optical microscope images showed that the microstructure of the primary steel includes granular ferrite, upper bainite and residual martensite/austenite islands.
2) FESEM and optical microscope images also confirm the formation of elongated grains in the 45° tilted surface of the sample due to cold working.
3) The {100} crystallographic planes changed to {110} crystallographic planes on the surface as a result of cold work, and this phenomenon was observed in reverse order in the 45° tilted surface sample.

مهندسی متالورژی و مواد

https://jmme.um.ac.ir/

انجمن آهن و فولاد ایران

دانشگاه فردوسی مشهد

تاثیر کار سرد بر ریزساختار و بافت کریستالی ورق فولادی API 5L X70 در سطح و مقطع ۴۵ درجه آن*

مقاله پژوهشی

سیدحسین حسینی مرتضوی [۱] مصطفی میرجلیلی [۲] محمدهادی مؤید [۳] غلامرضا ابراهیمی [۴] قاسم براتی دربند [۵]

DOI: 10.22067/jmme.2024.87104.1146

چکیده در مطالعه حاضر، ترکیبی از روش‌های آنالیز طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) و میکروسکوپ نوری برای بررسی تغییرات ریزساختار و بافت کریستالی فولاد خط لوله API 5L X70 به دنبال یک فرآیند کار سرد شدید که منجر به کاهش ضخامت ۸۰ درصدی در نمونه شد، استفاده شد. تمام بررسی‌ها بر روی دو مقطع مختلف نمونه شامل سطح و مقطع شیبدار ۴۵° نسبت به سطح انجام شد. در واقع، این دو مقطع به گونه‌ای انتخاب شده‌اند که زاویه بین دو صفحه کریستالوگرافی مهم (۱۰۰) و (۱۱۰) را نشان دهند. تجزیه و تحلیل‌های FESEM و میکروسکوپ نوری نشان داد نمونه اولیه دارای ریزساختاری ریزدانه شامل فاز زمینه فریتی و فازهای ثانویه بینیت بالایی به همراه جزایر مارتنزیت/آستنیت باقیمانده با مورفولوژی نواری در بین آن بود. همچنین مورفولوژی ریزساختار اولیه شامل دانه‌های اکثرا هم‌محور بود که پس از اعمال کار سرد در اثر قرار گرفتن تحت فشار شدید به ریزساختاری با مورفولوژی دانه‌های کشیده شده در سطح نرمال و به خصوص در سطح با زاویه ۴۵° تبدیل می‌شود. تجزیه و تحلیل تغییرات جهت‌گیری کریستالی توسط طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس نشان داد چگالی صفحات کریستالوگرافی {۱۰۰} در اثر کار سرد اعمالی در سطح کاهش یافته و به صورت هم‌زمان چگالی صفحات کریستالوگرافی {۱۱۰} روی سطح افزایش می‌یابد. همچنین نتایج حاصل ثابت کرد صفحات کریستالوگرافی {۱۰۰} بر روی نمونه از مقطع ۴۵° جایگزین صفحات کریستالوگرافی {۱۱۰} شدند.

واژه های کلیدی فولاد X70، کار سرد، ریزساختار، بافت، مرزدانه.

The Effect of Cold Rolling on the Microstructure and Texture Evolution of API 5L X70 Steel in Normal and 45°-Tilted Cross Sections

Seyed Hossein Hosseini Mortazavi, Mostafa Mirjalili, Mohammad Hadi Moayed, Gholamreza Ebrahimi, Ghasem Barati Darband

Abstract In the present study, a combination of analytical methods including X-ray diffraction spectroscopy, field emission scanning electron microscopy (FESEM), and optical microscopy was employed to investigate the microstructural and crystallographic texture changes in API 5L X70 pipeline steel following a severe cold-working process that resulted in an 80% thickness reduction in the sample. All examinations were conducted on two distinct sections of the sample: the surface and a 45° inclined section relative to the surface. These two sections were selected specifically to demonstrate the angle between two important crystallographic planes, (100) and (110). FESEM and optical microscopy analyses indicated that the initial sample exhibited a fine-grained microstructure comprising a ferritic matrix phase with upper bainite phases and residual martensite/austenite islands with a banded morphology interspersed within. Additionally, the primary microstructure displayed predominantly equiaxed grains, which, upon exposure to severe deformation, transformed into a structure characterized by elongated grains on both the normal surface and particularly the 45° inclined section. X-ray diffraction analysis of the crystallographic orientation changes revealed that the density of {100} crystallographic planes decreased on the surface due to the applied cold work, while the density of {110} crystallographic planes simultaneously increased. Furthermore, the results confirmed that the {100} crystallographic planes on the sample from the 45° inclined section were replaced by {110} crystallographic planes.

Keywords X70 steel, Cold rolling, Microstructure, Texture, Grain boundary.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۲/۱۲/۱۲ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۳/۴/۳ می‌باشد.

(۱) دانش آموخته دکتری مهندسی مواد و متالورژی، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

(۲) نویسنده مسئول، استادیار، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران. Email :mirjalili@um.ac.ir

(۳) استاد، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

(۴) استاد، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

(۵) استادیار، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

مروری بر مطالعات انجام شده

با توجه به افزایش تقاضا برای نفت و گاز طبیعی، شرکت‌های تولید کننده انرژی مجبور به کشف منابع آن در محیط‌های صعب العبور و سرد مانند آب و هوای قطب شمال شده‌اند [1]. در این راستا، آنها به فولادهای برای تولید خطوط لوله‌ای نیاز خواهند داشت که در این شرایط چالش برانگیز به طور مؤثر عمل کنند [2]. در حال حاضر، آمریکای شمالی و کانادا به طور خاص، با مشکلات قابل توجهی در مورد ایمنی فولادهای خطوط لوله زیرزمینی مواجه هستند. این نگرانی حول میزان احتمال شکست است که می‌تواند منجر به نشت نفت در طبیعت و مخصوصا مزارع کشاورزی شود. به طور کلی فولادهای خطوط لوله در معرض شرایط تخریب مختلفی قرار دارند. گزارش‌ها نشان داده است که فولادهای خط لوله‌ای مانند X60 و X70 دارای خواص جوش‌پذیری (Weldability)، استحکام (Strength) و چقرمگی (Toughness) خوبی هستند که ایمنی نسبتا بالایی را در مناطق عملیاتی خطوط لوله از خود نشان داده‌اند و همچنین نسبتا ارزان هستند [3]. لذا از این فولادها اغلب در شرکت‌های تولید کننده و انتقال دهنده انرژی برای انتقال نفت خام و گاز طبیعی استفاده می‌شود [4]. این فولادهای کم کربن، ریزساختاری متشکل از فاز فریت بینیتی (Bainitic ferrite) و در حجم کمتر جزایر مارتنزیت/آستنیت باقی‌مانده (Martensite/Austenite islands (M/A islands)) (M/A) دارند [5]. استحکام و چقرمگی قابل توجه این فولادها به دانه‌بندی بسیار ریز با تراکم بالای مرز دانه-های آن باز می‌گردد که وجود فاز فریت بینیتی با چگالی نابجایی بالا در ریزساختار آن، خواص مکانیکی آن را تقویت کرده است [6].

با این حال، در سال‌های اخیر چندین مورد از تخریب‌های مربوط به هیدروژن در این فولادها گزارش شده است. این رویدادها در درجه اول به ناتوانی خطوط لوله در جلوگیری از رشد ترک در حین سرویس نسبت داده می‌شود [7]. دو نوع از مهم‌ترین انواع شکست در محیط‌های مخرب، ترک‌خوردگی ناشی از هیدروژن (Hydrogen induced cracking) (HIC) و ترک خوردگی تنشی (Stress corrosion cracking) (SCC) هستند [8]. در بیشتر موارد شکست‌هایی که با فاجعه همراه بوده است، هیدروژن به ساختار فولادی خط لوله نفوذ کرده بوده و منجر به HIC شده بوده است [9]. لذا HIC به عنوان عامل اصلی و اولیه ایجاد آسیب در خطوط لوله مخصوصا هنگامی که در تماس با یک محیط ترش (Sour environment) حاوی آب و H_2S شناسایی شده است که منجر به خسارات اقتصادی قابل توجهی می‌شود [10]. مکانیزم شکست ناشی از HIC به طور کامل شناخته شده نیست. با این حال مطالعات مختلفی پدیده HIC را در فولادهای خط لوله بررسی کرده‌اند [13-11]. احتمال رخداد HIC در تمام فولادهای خط لوله تحت تأثیر عوامل ریزساختاری مانند نوع فازهای موجود، بافت (Texture) دانه‌ها، توزیع زوایای عدم تطابق (Misorientation angle distributions) و نوع مرز دانه‌ها (Grain boundary types) است. علاوه بر این‌ها، ترکیب شیمیایی فولاد، نوع و تعداد تله‌های هیدروژنی (Hydrogen traps) و همچنین عوامل محیطی و مکانیکی مانند نوع تنش اعمال شده و نوع مایع یا گاز در حال انتقال نقش مهمی در میزان حساسیت فولاد به HIC دارند [14]. اندازه بسیار کوچک اتم‌های هیدروژن، نفوذ آن‌ها در شبکه کریستالی درون فولاد را تسهیل می‌کند. نیرو محرکه این نفوذ نیز شیب غلظت این اتم‌ها در ریزساختار است [15]. همچنین اتم‌های هیدروژن می‌توانند در داخل شبکه فلزی دوباره ترکیب شوند و مولکول‌های هیدروژن را تشکیل دهند. این تجمع گاز داخلی باعث ایجاد فشار می‌شود که منجر به کاهش شکل پذیری (Ductility)، چقرمگی، مقاومت در برابر ضربه (Impact resistance) و خواص مکانیکی کلی فولاد می‌شود که به عنوان تردی هیدروژنی (Hydrogen embrittlement) نیز شناخته می‌شود [16]. بنابراین، ارزیابی مقاومت زیرساخت های فولادی در برابر تخریب‌های مرتبط با هیدروژن قبل از استفاده از آن‌ها بسیار مهم است.

مهندسان روش‌های مختلفی را برای کاهش میزان خطر ناشی از HIC پیشنهاد کرده‌اند. از جمله این روش‌ها می‌توان به افزودن عناصر میکروآلیاژی، اصلاح مورفولوژی سولفید منگنز، به حداقل رساندن میزان گوگرد و فسفر در فولاد، حذف رسوبات و عناصر مرتبط با جدایش (Segregation) و توسعه تکنیک‌هایی برای کاهش جذب هیدروژن از نفت خام، اشاره کرد [19-17]. با این حال، تجربه اثبات کرده است که این روش‌ها کاملا کارآمد نیستند. از این رو، اتخاذ یک رویکرد جدید که بر کنترل ریزساختار متمرکز است برای دستیابی به مقاومت بالای HIC حیاتی است. یافته‌های اخیر نشان می‌دهد که هر دو ویژگی بافت کریستالوگرافی و مرز دانه نقش مهمی بر خواص مکانیکی

فولادها دارند [20].

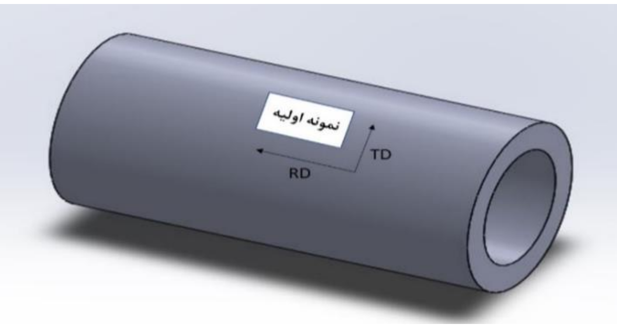
گزارش شده است که توزیع مرز دانه‌ها و جهت‌گیری بافت کریستالوگرافی ترجیحی فولادها در طول تغییر شکل و عملیات حرارتی تغییر گسترده‌ای می‌کنند [21]. رایت و فیلد [22] نشان دادند که خواص مکانیکی و مقاومت به خوردگی فولادها با کنترل بافت‌های کریستالوگرافی و مهندسی مرز دانه‌ها بهبود می‌یابد. علاوه بر این، هررا و همکاران [23] گزارش دادند که در فولادهای با ساختار bcc زمانی که جهت تنش اعمالی با جهت-گیری سیستم‌های لغزش (Slip systems) درون دانه‌ها (صفحات {۱۱۰}، {۱۱۲}، و {۱۲۳}) مطابقت داشته باشد، شکل‌پذیری بسیار زیاد می‌شود. به صورت عکس، قوش و همکاران [24] دریافتند که بافت مرجحی که در آن صفحات کریستالی {۰۰۱} موازی با سطح باشند، می‌تواند به عنوان مسیرهای ترجیحی برای رشد ترک عمل کنند که منجر به کاهش قابل‌توجهی در خواص مکانیکی و مقاومت به HIC می‌شود. علاوه بر این، چندین مطالعه دیگر [20,25,26] ثابت کرده‌اند که فرآیندهایی که منجر به تبلور مجدد در ناحیه پایداری آستنیت و به دنبال آن استحاله به فریت شوند، می‌توانند سبب ایجاد دانه‌هایی با صفحات کریستالی {۰۰۱} موازی با سطح شوند که موجی تقویت هیدروژن تردی و در نتیجه کاهش شکل پذیری فولاد می‌شوند.

با توجه به مطالعات ذکر شده در بالا، مشخص می‌شود که دو عامل ریزساختار و بافت کریستالی در افزایش مقاومت به HIC فولادها نقش بسزایی ایفا می‌کنند. در این راستا البته توجه کمتری به تأثیر نورد سرد بر ریزساختار و بافت‌های کریستالوگرافی در گریدهای فولادی خط لوله با استحکام بالاتر مانند API 5L X70 شده است. به نظر می‌رسد بیشتر تحقیقات در این زمینه بر روی تأثیر نورد گرم (فرآیندهای مختلف عملیات ترمومکانیکی کنترل شده (Thermomechanical control processing) یا (TMCP)) بر روی فولادهای خطوط لوله تولید شده در صنعت متمرکز شده است. از این رو، هدف ما در پژوهش حاضر، بررسی تاثیر نورد سرد بر ریزساختار و تغییرات جهت‌گیری دانه‌ها برای فولاد خط لوله API 5L X70 است. برای این موضوع سعی شد برخلاف تحقیقات حاضر که عموما سطح یا لایه میانی موازی با سطح نمونه‌ها را مورد بررسی قرار می‌دهند، در این پژوهش دو مقطع متفاوت از نمونه که زاویه‌ای خاص برابر با زاویه دو صفحه کریستالوگرافی (۱۰۰) و (۱۱۰) را دارند مورد بررسی و تحلیل قرار گرفتند. هدف اصلی از این انتخاب، رسیدن به دو بافت کریستالوگرافی متفاوت (ترجیحا دارای چگالی بالایی از دو صفحه کریستالوگرافی {۱۰۰} و {۱۱۰}) بود. در راستا، از تکنیک طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس (X-ray diffraction spectrometer) برای درک بهتر تغییرات جهت‌گیری دانه‌ها پس از نورد سرد استفاده شد. از میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (Field-emission scanning electron microscopy) (FESEM) به جهت بررسی تغییرات ریزساختاری فولاد پس از نورد سرد استفاده شد.

روش انجام پژوهش

ماده اولیه

فولاد اولیه مورد استفاده در این پژوهش، فولاد API 5L X70 با ضخامت اولیه یک اینچ بود که از بدنه لوله‌های بکار رفته در صنعت نفت و گاز کشور که به دلایل مختلف از خط انتقال خارج شده‌اند جداسازی شده بود. از آن‌جایی که روش تولید این لوله‌ها نیز نورد گرم کنترل شده می‌باشد، لذا انتظار می‌رود از قبل دارای ریزساختار کشیده و احیانا بافت مرجح خاصی باشند. از این رو برای برش نمونه‌های اولیه در این پژوهش سعی شده است جهت‌گیری برش‌ها به گونه‌ای باشد که جهت طول نمونه‌های حاصل موازی با جهت نورد (Rolling direction) (RD) قبلی و جهت عرض نمونه‌ها موازی با جهت عرضی نورد (Transvers Direction) (TD) قبلی لوله‌ها قرار گیرد. این امر سبب می‌شود در مطالعات بعدی بر روی بافت نمونه‌ها، تاریخچه آن‌ها یکسان بوده و امکان مقایسه بین شرایط مختلف کار مکانیکی فراهم شود. شکل (۱) نمای شماتیک از جهت برش نمونه‌ها را نمایش می-دهد.



شکل ۱ شکل شماتیک لوله و جهت‌گیری برش نمونه در آن به همراه جهت‌گیری نورد قبلی

جدول ۱ نتایج حاصل از آزمون کوانتومتری برای عناصر موجود در آلیاژ فولاد X70

عنصر	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Nb	Al	Cu
درصد وزنی	۰/۱۶۶	۰/۴۳۵	۱/۶۷۶	۰/۰۰۹	۰/۰۰۵	۰/۰۹۴	۰/۳۰۹	۰/۲۷	۰/۰۴	۰/۰۱۴	۰/۰۰۹
عنصر	Ti	V	W	B	N	Ca	Pb	Sn	Sb	Te	Fe
درصد وزنی	۰/۰۱۲	۰/۰۰۵	۰/۰۰۳	۰/۰۰۱	۰/۰۱۳	۰/۰۰۲	۰/۰۱۱	۰/۰۰۴	۰/۰۲۶	۰/۰۰۱	۹۶/۸۹۵

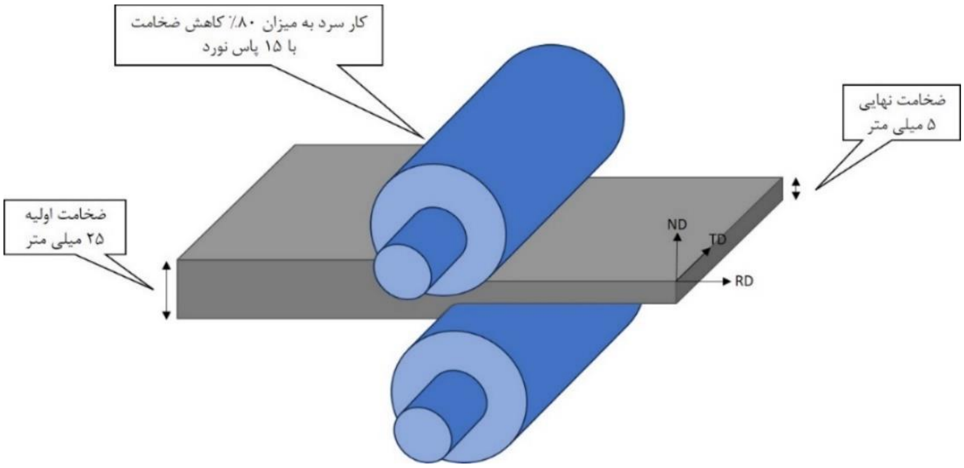
به صورت کلی ترکیب شیمیایی فولاد API 5L X70 در استاندارد ASTM A1024 مشخص شده است. اما در این پژوهش برای حصول اطمینان از انطباق ترکیب شیمیایی فولاد مورد مطالعه و استاندارد مد نظر، از یک طیف‌سنج نوری کوانتومتری (Optical emission Quantometer) مدل NDRY MASTER بهره گرفته شد. جدول (۱) نتیجه حاصل از این آزمون و عناصر آلیاژی موجود در فولاد X70 به همراه درصد آن‌ها را نشان می-دهد.

فرایند کارسرد

نمونه بریده شده از لوله با استفاده از ماشین‌کاری به ابعاد دقیق ۱۰۰ × ۵۰ × ۲۵ میلی‌متر (به ترتیب جهت نورد × جهت عرضی × جهت نرمال (Normal direction) (RD)) آماده شد تا قوس کوچک آن (ناشی از انحنای لوله) حذف و سطح صافی بر روی آن فراهم شود. نمونه حاصل جهت اعمال کار سرد در دمای اتاق، تحت ۱۵ مرحله نورد تک جهتی (Unidirectional) به میزان کلی ۸۰ درصد کاهش ضخامت قرار گرفت به صورتی که ضخامت نمونه پس از تغییر شکل از ۲۵ میلی‌متر به ۵ میلی‌متر کاهش یافت. به دلیل کارسخت (Work hardening) شدن نمونه در حین اعمال کار مکانیکی تعداد مراحل نورد ۱۵ بار انتخاب شد به گونه‌ای که در ۵ مرحله اول هر کدام به میزان ۲ میلی‌متر و در ۱۰ مرحله بعد هر کدام به میزان ۱ میلی‌متر کاهش ضخامت به نمونه اعمال شد. به دلیل افزایش دمای فولاد در حین نورد، دماهای شروع و پایان هر مرحله توسط یک ترمومتر فروسرخ (Infrared thermometer) مدل UNI-T UT305C اندازه‌گیری شد که به ترتیب ۲۵ و ۶۵ درجه سانتی‌گراد بودند.

شایان ذکر است که عبور نورد همیشه در همان جهت نورد تولید اولیه صفحه لوله X70 دریافت شده انجام می شود. اما، به دلیل اجتناب از گوشواره، نمونه ها در هر پاس نورد ۱۸۰ درجه به دور تبر RD چرخانده شدند. همچنین، سرعت غلتک و فاصله زمانی بین هر پاس نورد در تمام مراحل ثابت می ماند. نمونه های اولیه و سرد کار شده به ترتیب به صورت مختصر I و C بودند. همچنین جهات نورد، عرضی و نرمال فولاد X70 به ترتیب با اختصار RD، TD و ND می باشد.

نکته حائز اهمیت درباره نحوه اعمال کار سرد، جهت‌گیری نمونه در حین نورد است. بدین صورت که همواره نمونه در جهت نورد قبلی (شناسایی شده از طریق جهت برش از لوله) خود مورد اعمال تغییر شکل قرار می‌گرفت و هیچ‌گاه و در هیچ مرحله از نورد جهت‌گیری نمونه تغییر نکرد. البته پس از هر مرحله نورد، نمونه ۱۸۰ درجه حول محور RD چرخش داده می-شد تا از خمیده‌گی (Bending) (شمشیری شدن) و گوشواره‌ای (Earring) شدن نمونه جلوگیری شود. نکته حائز اهمیت دیگر در حین تمامی مراحل نورد ثابت ماندن سرعت چرخش غلطک (ثابت بودن سرعت اعمال تغییر شکل) و همچنین ثابت ماندن زمان بین هر مرحله نورد (۳۰ ثانیه) بود. نام‌گذاری نمونه‌ها نیز به جهت تقریب به ذهن با حروف اختصاری که مخفف حرف اول نام هر نمونه بودند صورت گرفت. نمونه اولیه یا شاهد با حرف I و نمونه‌ای که تحت اعمال کار سرد در دمای اتاق قرار گرفته بود با حرف C نام‌گذاری شدند. شکل (۲) نمای شماتیک فرآیند اعمال کار سرد بر روی نمونه را نشان می دهد.



شکل ۲ نمایی شماتیک از فرآیند نورد سرد اعمال شده بر فولاد X70 مورد مطالعه

آنیل انحلالی

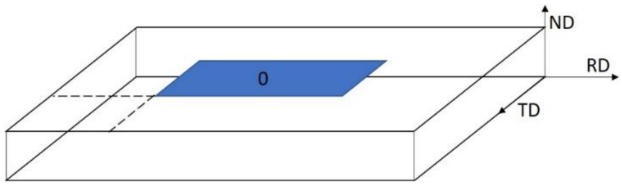
سری دیگری از نمونه‌ها به جهت استفاده در محاسبات مرتبط با بافت (پارامتر بافت (Texture parameter))، تحت فرآیند آنیل انحلالی قرار گرفتند. بدین صورت که به مدت یک ساعت در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفته و پس از آن در هوای آزاد خنک شدند. نمونه‌هایی که در این مرحله فقط تحت فرآیند آنیل انحلالی قرار گرفته بودند و کار مکانیکی بر روی آن اعمال نشده بود با حرف اختصاری A نام‌گذاری شدند.

آماده سازی نمونه‌ها

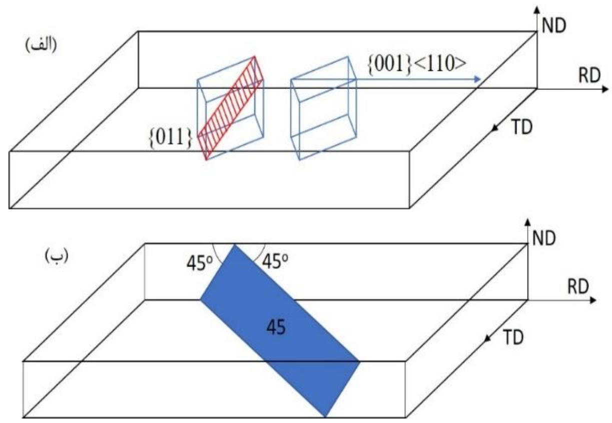
جهت آماده‌سازی نمونه‌ها برای بررسی‌های بعدی، دو دسته نمونه جدید از درون نمونه نورد شده توسط وایرکات (Wire cut) برش خورد. همان‌طور که در شکل (۳) قابل مشاهده است، سری اول نمونه‌ها از سطح بریده شدند. انتخاب سطح نمونه نورد شده به دو دلیل عمده صورت گرفت. دلیل اول تجمع بیشتر ناخالصی‌ها (Inclusions) در لایه مرکزی نمونه نورد شده طبق گزارش پیشینیان بود [25]. لذا با انتخاب لایه سطحی، ریزساختار یکنواخت‌تر و تجمع ناخالصی در آن کمتر خواهد بود. دلیل دوم وجود تنش برشی بیشتر در سطح نمونه در حین نورد است که خود سبب ایجاد ریزساختار کشیده‌تر و همچنین بافت مرجح قوی‌تری در سطح می‌شود [25].

همان طور که در شکل‌های (۴-الف و ب) مشاهده می‌شود سری دوم نمونه‌ها به صورت مایل با دو چرخش با زاویه‌های ۴۵ درجه از نمونه نورد شده برش خوردند. دلیل انتخاب این جهت-گیری، زاویه خاص آن با سطح نمونه بود. به دلیل اهمیت بالاتر و همچنین چگالی اتمی (Atomic density) بیشتر صفحات کریستالوگرافی {۰۰۱} و {۰۱۱} در ریزساختار شبکه بلوری مکعبی مرکز پر (Body centered cubic) (bcc) فولاد در دمای اتاق، سعی شد جهت‌گیری این دو برش به گونه‌ای باشد که در صورت تقویت بافت شامل یکی از این صفحات در یک جهت، نمونه دیگر حاوی بافت تقویت شده صفحه کریستالی دیگر شود. به عبارت دیگر زاویه بین این دو جهت برش دقیقا مشابه با زاویه بین این دو صفحه کریستالوگرافی در یک شبکه بلوری مکعبی می‌باشد. جهت روشن‌تر شدن دلیل این انتخاب، تصاویر شماتیک شکل (۴) زاویه این دو صفحه کریستالی را در بافت‌های مختص به خود نشان می‌دهد. گزارش شده است که با اعمال تغییر شکل شدید به فولاد، انتظار می‌رود مولفه بافت مکعبی چرخیده (Rotated cube texture component) ({۰۰۱}<۱۱۰>) بر روی سطح آن تقویت شود [27]. برای شناسایی این نمونه‌ها در ادامه این مقاله، از کد "0" و "45" به ترتیب برای نمونه‌های سطحی و چرخیده شده استفاده شده است.

ضخامت همه نمونه‌ها ۲ میلی‌متر انتخاب شد. پس از برش-کاری، نمونه‌ها برای بررسی‌های میکروسکوپی و طیف‌سنجی با کاغذ سمباده SiC با شماره‌های ۱۲۰، ۲۲۰، ۵۰۰، ۱۲۰۰ و ۲۰۰۰ و سپس با نمد آغشته به پودر الماسه (Diamond suspension) ۳ و ۱ میکرون پالیش شدند. جهت نیل به کیفیت مطلوب برای بررسی‌های میکروسکوپی، از محلول استاندارد ۲٪ نایتال (Nital) برای اچ (Etch) نمونه‌ها به مدت حدود ۱۰ ثانیه در دمای اتاق استفاده شد.



شکل ۳ جهت‌گیری برش نمونه با کد "0" از سطح نمونه نورد شده



شکل ۴ (الف) نمایش نحوه قرارگیری یک سلول واحد در شبکه کریستالوگرافی هنگام تقویت شدن بافت مکعبی چرخیده {001}<110> در سطح و محل و جهت‌گیری قرار گرفتن صفحه {011} در آن و (ب) نحوه و جهت‌گیری برش انتخاب شده با کد "45" از نمونه نورد شده

بررسی های ریزساختاری و بافت کریستالی

برای بررسی ریزساختار فولاد و بررسی ترکیب شیمیایی نمونه های مختلف از میکروسکوپ نوری مدل (Olympus BX41M-LED)و میکرو سکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM)ساخت شرکت TESCAN مجهز به طیف‌سنج پراش انرژی پرتو ایکس (Energy-dispersive X-ray spectroscopy) (EDS) استفاده شد. طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس نیز جهت بررسی تغییر در جهت‌گیری کریستالی یا بافت غالب نمونه‌ها به عنوان یک روش ساده و در دسترس بهره گرفته شد. در این راستا تمامی نمونه‌ها در بازه زوایه‌ای 2θ بین ۲۰ تا ۱۰۰ درجه مورد آزمایش قرار گرفتند.

نتایج و بحث

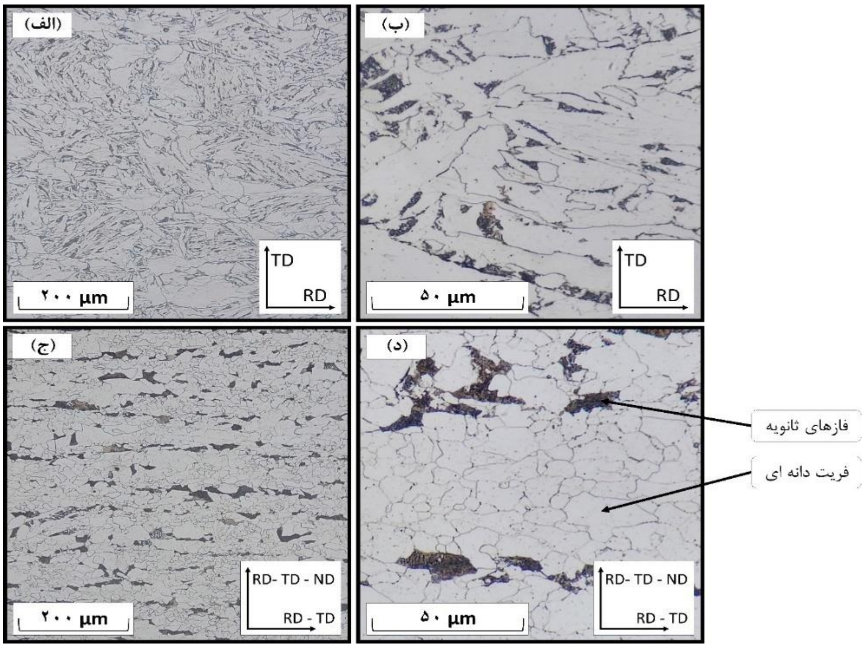
بررسی‌های ریزساختاری

میکروسکوپ نوری. پس از آماده‌سازی نمونه‌ها برای متالوگرافی، تصاویر ریزساختاری نمونه‌های I و C که توسط میکروسکوپ نوری گرفته شده است در هر دو جهت برش در شکل‌های (۵) و (۶) نشان داده شده است. همان‌طور که در این شکل‌ها مشاهده می‌شود، فاز غالب و زمینه که سفیدرنگ دیده می‌شود، فریت می‌باشد که با مورفولوژی‌های مختلفی چون هم-محور (Equiaxed)، شبه چند ضلعی (Quasi-polygonal) و کشیده شده دیده می‌شود. همچنین کسر کوچکتری از فازهای تیره رنگ که در شکل‌ها قابل مشاهده است، اکثرا فاز بینیت است. حلالیت کربن در فاز فریت بسیار ناچیز است تا جایی که در دمای اتاق به مقادیر کمتر از ۰/۰۰۵ درصد محدود می شود [28]. فریت همچنین با سختی تقریبی ۲۰۰ HV نرم ترین فاز در فولادها است و مقاومت فوق‌العاده بالایی در برابر تخریب‌های ناشی از هیدروژن (HIC) دارد. در فرآیند تولید فولاد X70 ، جوانه‌زنی فریت معمولا در مرزهای دانه‌های آستنیت به شدت تغییر شکل‌یافته و در محدوده دمایی عدم تبلور مجدد (Non recrystallization temperature) رخ می‌دهد و کربن اضافی به داخل آستنیت باقی‌مانده پس زده می‌شود [29]. هر چه تغییر شکل شدیدتر می‌شود و دما پایین‌تر می‌آید، میزان کربن موجود در آستنیت باقی‌مانده افزایش می‌یابد تا جایی که پس از استحاله یوتکتوئید (Eutectoid transformation) بخش بزرگی از این آستنیت پر کربن به فاز بینیت تبدیل شده و بخش اندکی از آن نیز یا با استحاله مارتنزیتی روبرو شده و یا بدون تغییر به صورت آستنیت باقیمانده (Retained austenite) در ریزساختار باقی می-مانند که جزایر مارتنزیتی/آستنیتی را تشکیل می‌دهند. همچنین به نظر می‌رسد میزان اندکی از ناخالصی‌های کاربیدی و یا نیتریدی در این حین تشکیل شوند که اکثرا در مرزدانه‌ها قرار می‌گیرند [28,29].

شبکه آهن اکثرا اتم‌های کربن را در فضاهای بین‌نشین نگه می‌دارد. با این حال، در فولادهای کم کربن مانند فولاد X70، به ندرت اتم‌های کربن فضاهای هشت‌وجهی بین‌نشین (Interstitial octahedral positions) در شبکه مکعبی bcc آهن را اشغال می‌کند. این وضعیت منحصر به فرد سبب ایجاد مارتنزیت با ساختار bcc به جای ساختار تتراگونال مرکز پر (Body centered tetragonal) (bct) مرسوم در فولادهای پر کربن می‌شود. به عبارت دیگر می‌توان اعوجاج (Distortion) یا تتراگونالیتی (Tetragonality) شبکه مکعبی در فاز مارتنزیت فولادهای با کربن کمتر از ۰/۲٪ را نادیده گرفت. مارتنزیت bcc دارای ساختاری نرم‌تر و در عین حال چقرمه‌تر از مارتنزیت bct است [30].

در شکل‌های (۵ –الف تا د) ریزساختار نمونه های I-0 و I-45 نشان داده شده است. شکل‌های (۵ –الف و ب) مربوط به نمونه I-0 و شکل‌های (۵ –ج و د) مربوط به نمونه I-45 می‌باشد. شایان ذکر است که در این شکل‌ها و شکل‌های بعدی که نشان داده می‌شود، در گوشه پایین سمت راست هر شکل، جهت‌گیری آن نسبت به جهات RD و TD و ND مشخص شده است. بدیهی است که در مورد نمونه‌های سطحی بدین منظور صرفا از دو جهت بهره گرفته شده است اما برای نمونه‌های چرخیده شده با کد 45 لازم است از تلفیقی از چند جهت‌گیری استفاده شود. در این شکل‌ها می‌توان مشاهده کرد که دانه های فریت مخصوصا در سطح بیشتر دارای مورفولوژی شبه چند ضلعی و کشیده شده هستند (بعضی از دانه ها کشیدگی در جهت نورد قبلی نشان می-دهند، در حالی که برخی دیگر دارای کشیدگی در جهات تصادفی هستند). همچنین شکل‌های (ج) و (د) که از مقطع چرخیده شده نمونه تهیه شده‌اند نشان می‌دهند که فازهای ثانویه (Secondary phases) به صورت شبه خطی (Semi linearity) و همسو با جهت‌گیری نورد قبلی تشکیل شده‌اند. این ریزساختار در فولادهای کم آلیاژ با استحکام بالا (High strength low alloy steel) (HSLA)، به عنوان ریزساختار "پنکیکی ("Pancaked" microstructure) " شناخته می‌شوند و گزارش شده است که وجود آن به تضعیف مقاومت به هیدروژن‌تردی منجر می‌شود. در حین تولید این نوع فولادها، دانه های آستنیت در دمای بالا و طی فرآیند نورد گرم کشیده شده و مرزدانه‌هایی همسو با جهت نورد ایجاد می‌شود که مکان‌های مستعد جوانه‌زنی برای فازهای ثانویه و همچنین دانه‌های جدید ایجاد شده در اثر تبلور مجدد می‌شود. این امر سبب تولید یک ساختار پنکیک مانند از فازهای ثانویه در ریزساختار فریت نهایی می‌شود که احتمالا اکثر آن‌ها نشان دهنده مرزهای دانه آستنیت مادر آن می‌باشد [31].

فازهای موجود در ریزساختار فولاد X70 نقش بسزایی در ارزیابی خطرات مرتبط با هیدرژون دارند. فاز فریت دارای توانایی بسیار زیادی در ایجاد مرزدانه‌های فرعی (Sub-grain boundaries) با چگالی نابجایی‌های متحرک (Mobile dislocations) بسیار زیاد است که سبب ایجاد تعادلی بین استحکام و چقرمگی فولاد می‌شود [32]. با نفوذ اتم‌های هیدروژن در ریزساختار فولاد و تجمع آن‌ها بر روی خطوط مرکزی نابجایی‌ها (Central dislocation line)، توانایی آن‌ها برای تحرک‌پذیری کاهش می‌یابد، اما در فاز فریت به دلیل چگالی بالای نابجایی‌ها این امر سبب افت قابل ملاحظه در خواص مکانیکی فولاد نمی‌گردد [33].



شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ نوری در دو بزرگنمایی مختلف از ریزساختار نمونه‌های I-0 در شکل‌های (الف) و (ب) و نمونه‌های I-45 در شکل‌های (ج) و (د) نشان شده است. جهت‌گیری تصاویر نسبت به جهت‌گیری نورد قبلی نمونه‌ها در پایین اشکال در کنار اسکیل بار نشان داده شده است. بدیهی است برای نمونه‌های ۴۵ درجه چرخیده ترکیبی از چند محور نمایش داده شده است

فازهای ثانویه در این ریزساختار مخلوطی از بینیت بالایی (Upper bainite) است که ممکن است حاوی کسر کوچکی از جزایر مارتنزیت/آستنیت باقی مانده (M/A) نیز باشد. حضور بینیت در ریزساختار با به دام انداختن اتم‌های هیدروژن در فصل مشترک بین فریت و سمنتیت (Cementite) سبب افزایش حساسیت به هیدروژن فولاد می‌شود [34]. بسته به زاویه عدم انطباق مرزدانه‌ها، انرژی آن‌ها نیز متفاوت است. در واقع مرزهای دانه با زاویه کم (Low angle grain boundary) از چندین نابجایی که در بالای یکدیگر قرار گرفته‌اند تشکیل شده‌اند و نابجایی‌ها، به عنوان تله‌های هیدروژنی برگشت‌پذیر (Reversible hydrogen traps) در نظر گرفته می‌شوند. در حالی که مرزهای دانه با زاویه زیاد (High angle grain boundary) به عنوان تله‌های هیدروژنی برگشت‌ناپذیر (Irreversible hydrogen traps)قلمداد می‌شوند [35]. مشاهده شده است که تجمع اتم‌های هیدروژن در این‌گونه تله‌ها منجر به افزایش فشار در آن منطقه شده و مکان‌های مستعدی برای ایجاد و رشد ترک تولید می‌کنند. همچنین گزارش شده است که سطح فولادهای تولید شده با روش نورد گرم به دلیل دارا بودن ریزساختار دانه-ریزتر نسبت به مقاطع میانی، چگالی مرزهای دانه بیشتری داشته و در نتیجه هیدروژن با ضریب نفوذ بیشتری در آن مناطق حرکت کرده و همچنین هیدروژن بیشتری در خود انباشت می‌کنند که سبب تضعیف خواص سطحی این فولادها می‌شود. حضور بینیت در ریزساختار به عنوان یک فاز با کسر حجمی نسبتا زیادی از فصول مشترک و مرزدانه‌ها سبب تشدید این مشکل می‌شود، هر چند در این فولادها کسر حجمی فاز بینیت در مقایسه با فریت بسیار کمتر است [19,35,36].

به صورت کلی گزارش شده است که اندازه دانه یک عامل بسیار مهم در میزان حساسیت فولادها به هیدروژن است [37]. همان‌طور که در شکل‌های (۵ -الف و ب) دیده می‌شود، توزیعی از دانه‌های ریز و درشت از فاز فریت بر روی سطح فولاد X70 اولیه مشاهده می‌شود. دانه‌های با اندازه ریزتر را شاید بتوان به وقوع تبلور مجدد در سطح در اثر کار مکانیکی شدید در دمایی بالاتر از دمای عدم تبلور مجدد و پایین‌تر از دمای تبلور مجدد کامل (Recrystallization temperature) (در محدوده دمایی تبور مجدد جزئی (Partial recrystallization temperature)) نسبت داد [28]. با این حال، متوسط اندازه دانه مشاهده شده در نمونه-I 0 و I-45 به ترتیب برابر با ۳/۱ و ۷/۷ میکرومتر بود. به عبارت بهتر، دانه‌های موجود روی سطح فولاد در مقایسه با دانه‌های مشاهده شده در نمونه چرخیده شده که تقریبا خواص ریزساختاری مرکزی نمونه را نمایندگی می‌کنند، اندازه ریزتر و کوچک‌تری را نشان می‌دهند. برای این مشاهده می‌توان سه دلیل عمده را ذکر کرد [17,37,38]:

۱. از آن‌جایی که ناحیه سطحی فولاد در حین فرآیند تولید و تغییر شکل شدید، تنش‌های برشی بیشتر و قابل توجهی را به دلیل اصطکاک با غلتک‌های نورد تجربه می‌کند، لذا در طی فرآیند تبلور مجدد، تعداد بیشتری از محل‌های مستعد برای جوانه‌زنی را داراست.

۲. در مرحله سرد کردن فولاد، خنک‌سازی در اطراف ناحیه سطح سریع‌تر از نواحی مرکزی رخ می‌دهد. این سرعت سرد شدن نسبتا بالاتر بر روی سطح، تعداد جوانه‌های فعال شده برای تبلور مجدد را افزایش داده و به صورت هم‌زمان رشد دانه‌ها را نیز محدود می‌کند.

۳. از آنجایی که سطح دارای چگالی مرزدانه‌ای بیشتری است، بیشتر تحت تاثیر اثر قفل کنندگی (Pinning effect) برخی عناصر آلیاژی (مانند Nb) قرار می‌گیرد. بنابراین، دانه‌های روی سطح عمدتا با مرزدانه‌های قفل شده با رسوب عناصر آلیاژی خاص احاطه شده‌اند و رشد قابل توجهی را تجربه نمی‌کنند. این امر سبب افزایش سختی ناحیه سطحی فولاد در مقایسه با نواحی مرکزی آن نیز می‌شود.

یافته‌ها نشـان می‌دهد که عناصـر آلیاژی مانند Nb، Ti و V برای فولاد X70 به عنوان یک ریزکننده دانه آســتنیت در طول فرآیند ترمومکانیکی کنترل شده (TMCP) عمل می کنند. اندازه دانه کوچکتر آســتنیت ســبب تولید دانه‌هایی با اندازه ریزتر در ریز ساختار نهایی می شود [39]. تأثیر این عنا صر بر ریز ساختار نهایی فولاد به دو صورت محتمل است [40,41]:

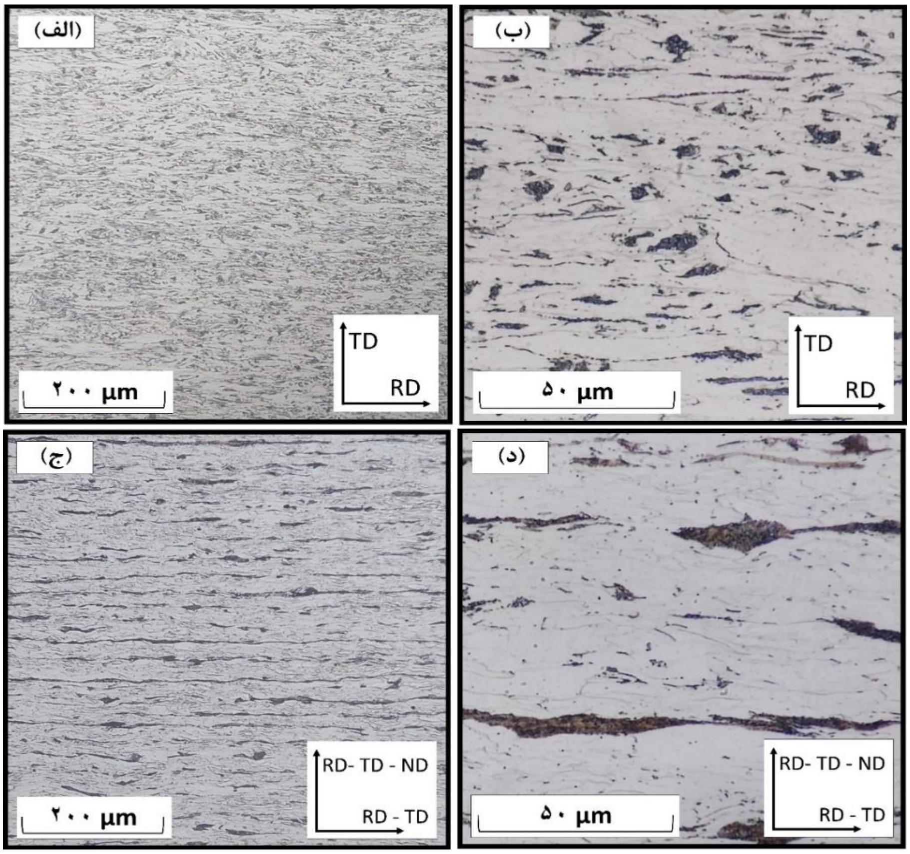
۱. افزایش دمای عدم تبلور مجدد، که امکان تغییر شکل بیشتر و ایجاد تراکم بالاتر از نابجایی‌ها در ریزساختار را فراهم می کند.

۲. بازیابی (Recovery) ریزســـاختار و حذف عیوبی همچون نابجایی‌ها پس از تغییر شکل را به تاخیر می اندازد.

جودکی و همکاران [38] گزارش کردند که تعداد بیشـــتر دانه‌ها در سطح سبب ایجاد چگالی مرزهای دانه بیشتر می شود که به طور بالقوه حســاســیت به هیدروژن را افزایش می‌دهد. از

طرف دیگر یافته‌های یزدی‌پور و همکاران [42] نشـــان می‌دهند که بالاترین مقاومت به هیدروژن‌تردی در فولادهایی با اندازه دانه بهینه مشاهده می‌شود. با این حال حجازی و همکاران [18] نشان می‌دهند که دانه‌هایی با اندازه ریزتر، چقرمگی شکست را افزایش داده و در نتیجه مقاومت در برابر هیدروژن‌تردی بهبود می‌یابد. لذا به نظر می‌رسد تأثیر اندازه دانه و توزیع مرزهای دانه بر حساسیت هیدروژنی یک موضوع بحث برانگیز است که با نظرات مختلف و گاها متضادی در مورد آن وجود دارد [17,18].

شکل‌های (۶ -الف و ب) شکل‌های (۶- ج و د) به ترتیب ریزســـاختار نمونه‌های C-0 و C-45 را نشـــان می‌دهند که به وضوح اثر تغییر شکل شدید و کاهش ضخامت ۸۰٪ فولاد در آن‌ها مشاهده می‌شود. همانطور که در این شکل‌ها می‌توان دید، میزان بالای کرنش اعمال شده به ریزساختار، تشخیص مرزهای دانه را دشوار کرده است. با این حال در شکل‌های (۶ -ج و د) به دلیل دید عرضی که در تصویربرداری با میکروسکوپ نوری نسبت به نمونه وجود داشته است، فازهای ثانویه به وضوح قابل مشـــاهده هســـتند و می‌توان دید که ریزســـاختار پنکیکی آن‌ها فشرده شده و فاصله نوارهای آن کاهش یافته است. از آن‌جایی که دانه‌های کشیده شده در اثر نورد دارای انرژی درونی بالاتری نســبت به دانه‌های هم‌محور هســتند، به نظر می‌رســد افزایش دانه‌های کشــیده شــده مقاومت کمتری در برابر رشــد ترک‌های ناشــی از هیدروژن از خود نشــان می‌دهند [36]. در این راســتا گزارش شــده اســت که در برخی موارد دانه‌های کشــیده شــده مقاومت بیشتری در برابر رشد ترک از خود نشان می دهند. این مهم زمانی اتفاق می‌افتد که تنش اعمالی موازی با جهت نورد باشد. در این حالت هنگامی که ترکی بخواهد در جهت عرضی رشد کند، از آن‌جایی که دانه‌های کشیده شده دارای عرض کمی هســتند به ســرعت به مرزهای دانه می‌رســد و رشــد بیشــتر آن متوقف می‌شود.



شکل ۶ تصاویر میکروسکوپ نوری در دو بزرگنمایی مختلف از ریزساختار نمونه‌های C-0 در شکل‌های (الف) و (ب) و نمونه‌های C-45 در شکل‌های (ج) و (د) نشان شده است. جهت‌گیری تصاویر نسبت به جهت‌گیری نورد قبلی نمونه‌ها در پایین اشکال در کنار اسکیل بار نشان داده شده است. بدیهی است برای نمونه‌های ۴۵ درجه چرخیده ترکیبی از چند محور نمایش داده شده است

شایان ذکر است که در مقابل، دانه‌های هم‌محور دارای خواص مکانیکی همسانگرد (Isotropic mechanical properties) هستند. این بدان معنی است که خواص مکانیکی فولاد با دانه‌های هم‌محور در همه جهات یکسان است. چنین فولادهایی هنگامی که تحت تنش در جهات مختلف قرار می‌گیرند، در مقایسه با فولادهایی با دانه‌های کشیده شده استحکام بیشتری از خود نشان می‌دهند. با این حال، گزارش شده است که فولادهایی با دانه‌های هم‌محور عمدتا دارای چگالی بالاتری از مرزهای دانه با زاویه زیاد هستند که به عنوان یک مسیر نفوذ سریع برای هیدروژن و تجمع اتم‌های آن در نظر گرفته می‌شوند [36]. از سوی دیگر، اخیرا توماس و اسپونار [43] گزارش دادند که به دنبال کار سرد بر روی فولاد X70، ضریب نفوذ هیدروژن در دانه‌های تغییر شکل یافته در مقایسه با دانه‌های تغییر شکل نیافته افزایش می‌یابد. به عبارت دیگر، مشاهده شد که دانه‌های تغییر شکل یافته سریع‌ترین مسیر نفوذی برای اتم‌های هیدروژن هستند. همچنین نشان داده شده است که اعمال کار سرد بر روی فولاد به طور قابل ملاحظه‌ای به دام افتادن اتم‌های هیدروژن در ریزساختار را افزایش می دهد [44].

ریزساختار و دانه‌بندی فولادها نقش مهمی در مقاومت آن‌ها به خوردگی نیز دارد. گزارش شده است که کار سرد منجر به افزایش نرخ خوردگی می‌شود [45]. در مطالعات دیگری مشاهده شده است که فولاد X70 که ریزساختاری متشکل از عمدتا فریت و بینیت دارد، در مقایسه با نوع فولادی دیگر که ریزساختاری فریتی و پرلیتی داشته است، فعالیت الکتروشیمیایی کمتری از خود نشان می‌دهد. محققان چقرمگی نسبتا بالاتر بینیت در کنار اندازه دانه نسبتا کوچک‌تر آن در مقایسه با پرلیت (Pearlite) را عامل این موضوع دانسته‌اند [46]. همچنین گزارش شده است که ترکیب فریت و پرلیت در ریزساختار منجر به ایجاد مرزهای دانه حساس‌تر می‌شود که به نوبه خود فعالیت‌های الکتروشیمیایی را تسهیل می‌کند [29,47].

میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی. شکل‌های (۷) و (۹) تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونه‌های I و C را نشان می‌دهد. شکل (۷ -الف تا د)، مربوط به نمونه I-0 است که یک ریزساختار فریتی شامل ترکیبی از بینیت بالایی مرسوم (UB)، فریت دانه‌ای (GF) و همچنین جزایر مارتنزیت/آستنیت باقی‌مانده (M/A) را نشان می‌دهد. شکل (۷ -ه و و) ریزساختار نمونه I-45 را نشان می‌دهد که ترکیب فازی مشابه با نمونه I-0 را دارد. به صورت کلی گزارش شده است که اعمال تغییر شکل مکانیکی بر فولاد X70 در زیر دمای عدم تبلور مجدد، سبب تشکیل یک ریزساختار اکثرا فریتی و بینیتی پس از استحاله فاز آستنیت می‌شود. این موضوع برخلاف رفتار فولاد X52 است که پس از فرایند تولید یک ریزساختار فریتی و پرلیتی را از خود نشان می‌دهد [48]. لذا با توجه به پیچیدگی ریزساختار دارای فاز بینیت، از میکروسکوپ الکترونی برای شناسایی بهتر اجزای ریزساختاری آن استفاده شد. با توجه به این‌که این تصاویر از سطح مقطع نمونه اولیه گرفته شده است، تا حدی اثرات کشیدگی دانه‌ها در اثر اعمال تغییر شکل اولیه ناشی از فرآیند تولید فولاد را می‌توان در آن‌ها مشاهده کرد.

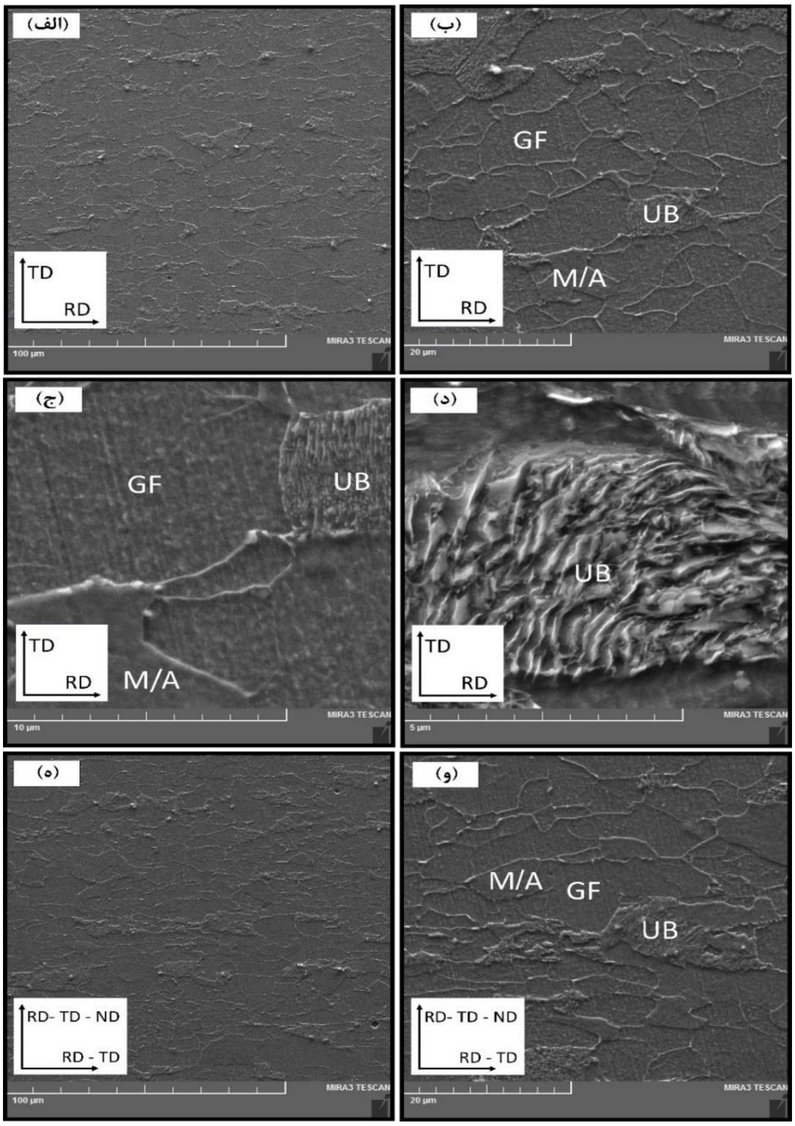
به صورت کلی ریز ساختارهای مر سومی که در فولادهای HSLA مشاهده و گزارش شده‌اند، عبارتند از [48-50]:

۱. فریت دانه‌ای، سوزنی (Acicular ferrite) و ویدمن اشتاتن (Widmanstatten ferrite).
۲. پرلیت ریزدانه.
۳. بینیت بالایی، پایینی (Lower bainite) با مورفولوژی های بشقابی (Plate-like) و یا صفحه‌ای (Lath-like).
۴. مقدار کمی جزایر مارتنزیت/آستنیت باقی‌مانده.
۵. رسوبات ریز کاربیدی/نیتریدی.

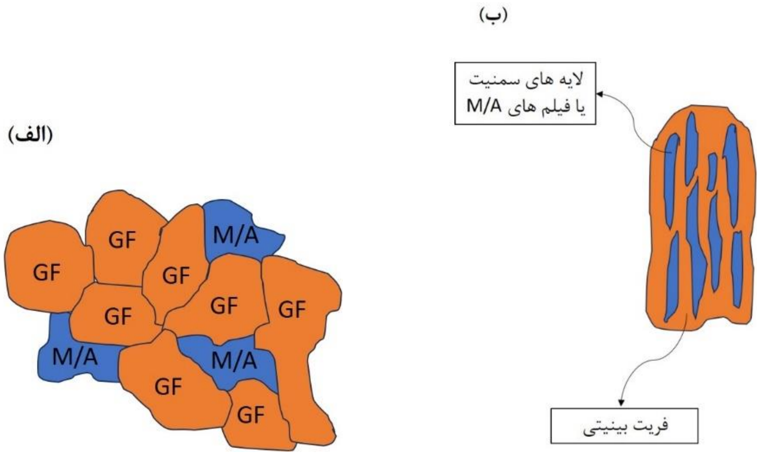
در حین استحاله آستنیت، بینیت مستقیما از طریق جوانه‌زنی و رشد فریت بینیتی تشکیل می‌شود [51]. این فرآیند با تشکیل سمنتیت بین صفحات فریت بینیتی و یا حتی در داخل آن‌ها همراه است که منجر به تبدیل آستنیت به بینیت بالایی و یا پایینی می شود [31]. مطالعات متعددی روی فاز بینیت انجام شده است و طبقه‌بندی‌های مختلفی برای آن بر اساس مورفولوژی آن بیان شده است [51-54]. در میان این طبقه‌بندی‌ها، سیستم پیشنهاد شده توسط کمیته بینیت در موسسه آهن و فولاد ژاپن (Iron and Steel Institute of Japan (ISIJ) bainite committee) (ISIJ) [54] رایج‌ترین سیستمی است که برای فولادهای کم کربن استفاده می‌شود. در طبقه‌بندی این کمیته به طور سیستماتیک از ریزساختارهای مختلفی که معمولا در فولادهای کم آلیاژی و کم کربن یافت می‌شود نام برده شده است. به صورت کلی این طبقه‌بندی شامل دو نوع ریزساختار بینیتی است: فریت دانه‌ای (Granular ferrite) (GF) که اغلب به نام بینیت دانه‌ای نیز

شناخته می‌شود و فریت بینیتی که شامل بینیت بالایی (UB) و یا پایینی است.

فریت دانه‌ای (GF): مطابق با این طبقه‌بندی، زمانی که به دلیل کم کربن بودن فولاد، تشکیل سمنتیت به تأخیر می‌افتد، فریت دانه‌ای ایجاد می‌شود. تصویر میکروسکوپ الکترونی در شکل (۷ –ج) نشان می‌دهد که نواحی فریت دانه‌ای عمیق‌تر اچ شده‌اند که این موضوع در مقایسه با جزایر M/A که به طور قابل توجهی دارای سطح صاف‌تر، برجسته‌تر و همچنین دارای مرزدانه‌های مستقیم‌تر هستند، به وضوح قابل رؤیت است. سیژک و همکاران [55] پیشنهاد کردند که فریت دانه‌ای در واقع نوعی فریت ویدمن‌اشتاتن است که در فرآیند رشد خود دچار نوعی رفتار به غیر قاعده شده است. در واقع فریت دانه‌ای از دانه‌های فریتی تشکیل شده است که با چگالی نابجایی بالا شناخته شده و زوایای عدم انطباق کمی در بین آن‌ها وجود دارد. این ریزساختار معمولا همراه است با جزایر تقریبا نیمه هم‌محور M/A که در بین آن توزیع شده‌اند. معمولا در تجزیه و تحلیل تصاویر حاصل از میکروسکوپ نوری، GF یک مورفولوژی شبه چند ضلعی فریتی را از خود نشان می‌دهد که تشخیص آن را از جزایر M/A دشوار می‌کند. با این حال، جزایر M/A معمولا مورفولوژی شبه چند ضلعی کمتری دارد [28,55].



شکل ۷ تصاویر FESEM مرتبط با (الف) ریزساختار نمونه I-0، (ب) فازهای مختلف نمونه I-0، از جمله فریت دانه‌ای (GF)، بینیت بالایی (UB) و جزایر مارتنزیت/آستنیت باقی‌مانده (M/A)، (ج) بزرگنمایی بیشتر فازهای GF، UB و M/A در نمونه I-0، (د) بزرگنمایی بیشتر فقط فاز UB، (ه) ریزساختار نمونه I-45، (و) فازهای مختلف نمونه I-45

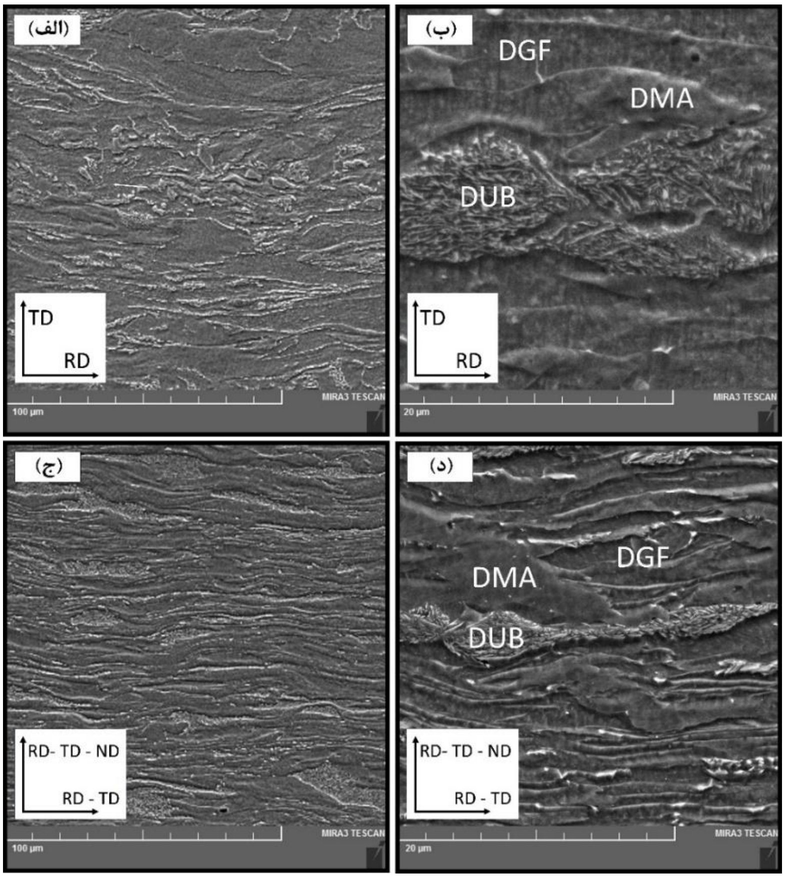


شکل ۸ (الف) نمایش شماتیک از GF به همراه جزایر M/A و (ب) نمایش شماتیک از مورفولوژی فاز UB

بینیت بالایی (UB): طبقه‌بندی کمیته بینیت ISIJ، UB را به عنوان یک ریزساختار شامل صفحه‌های فریت تعریف می‌کند که توسط مرزهای با زاویه کم، با لایه‌های پیوسته یا متناوب از فاز سمنتیت در هم تنیده شده‌اند. با این حال، به دلیل میزان کربن محدود در این فولادها، سمنتیت به طور قابل توجهی بین صفحات فریت تشکیل نمی‌شود و در عوض، فیلم های M/A جای آن را می‌گیرد [56]. به عبارت دیگر، دو نوع مورفولوژی از فاز M/A در ریزساختار وجود دارد: دانه‌های M/A نیمه هم‌محور و فیلم‌های M/A در ریزساختار UB. در این راستا تیرومالاستی و همکاران [57] و جواهری و همکاران [28] گزارش داده‌اند که جزایر کوچکی از M/A در ریزساختار UB، کنتراست (Contrast) روشن‌تری نسبت به سمنتیت نشان می‌دهند. در شکل (۷ -د)، تصویری با بزرگنمایی بالا از یک دانه UB نشان داده شده است. همانطور که در این شکل مشاهده می‌شود، ضخامت لایه‌های درونی UB بسیار کم بوده و کمتر از یک میکرومتر برآورد می-شود. شکل‌های (۸ -الف و ب) نیز یک طرح شماتیک از مورفولوژی‌های فریت دانه‌ای و بینیت بالایی را نشان می‌دهند. همان‌طور که در شکل (۸ -الف) مشاهده می‌شود ترکیبی از دانه-های فریت به عنوان فاز پس‌زمینه و جزایر مارتنزیت/آستنیت باقی‌مانده توزیع شده در بین آن‌ها به عنوان فربت دانه‌ای شناخته می‌شوند. همچنین در شکل (۸ -ب) می‌توان دید که لایه‌های موجود در بین فریت‌های بینیتی در یک دانه بینیت که در فولادهای کم کربن ایجاد می‌شوند، می‌توانند هر دو فاز سمنتیت و یا آستنیت/مارتنزیت‌های باقی‌مانده از استحاله بینیتی باشند [28]

شکل (۹ -الف تا د) ریزساختار نمونه‌های کار سرد شده را که کاهش ۸۰ درصدی ضخامت داشته‌اند، نشان می‌دهد. شکل (۹ -الف و ب) مربوط به ریزساختار نمونه C-0 است که یک مورفولوژی دوگانه از دانه‌های شبه چند ضلعی و کشیده شده را نشان می‌دهد که پس از کار سرد ایجاد شده‌اند. در این شکل‌ها، ریزساختار سه فاز متفاوت به وضوح قابل شناسایی هستند: فریت دانه‌ای تغییر شکل یافته (DGF)، بینیت بالایی تغییر شکل یافته (DUB) و جزایر مارتنزیت/آستنیت باقی‌مانده تغییر شکل یافته (DMA). ازدیاد طول قابل توجه برخی دانه‌ها در جهت نورد نشان دهنده تنش اعمال شده قابل ملاحظه به ریزساختار است. همچنین شکل (۹ -ج و د) ریزساختار نمونه C-45 که توسط میکروسکوپ الکترونی به دست آمده است را نشان می‌دهد. از آنجایی که تصویر موجود در شکل (۹ -ج) از سطح مقطع چرخیده شده نمونه نورد شده گرفته شده است، به وضوح ریزساختار کشیده شده در آن مشخص است.

شایان ذکر است که فازهایی مثل UB و M/A که سختی نسبی بالاتری نیز دارند به همراه سایر رسوبات ریز مانند کاربیدها، نیتریدها و آخال‌های سولفید منگنز که دارای انرژی پیوند بالایی هستند به عنوان تله‌های هیدروژنی برگشت ناپذیر شناخته می-شوند. این فازها و رسوبات عموما ناسازگار با فاز پس زمینه، سبب افزایش حساسیت به هیدروژن می‌شوند. اتمهای هیدروژن در فصل مشترک بین این فازها، آخال‌ها و ریزساختار پس زمینه تجمع می‌کنند. سپس با هم ترکیب می‌شوند و مولکول‌های هیدروژن را تشکیل می دهند که موجب ایجاد و تسهیل رشد ترک‌ها با کاهش انرژی مورد نیاز برای رشد آن‌ها می‌شوند [58].



شکل ۹ تصاویر FESEM مرتبط با (الف) ریزساختار نمونه C-0، (ب) فازهای مختلف نمونه C-0، از جمله فریت دانه‌ای تغییر شکل یافته (DGF)، بینیت بالایی تغییر شکل یافته (DUB) و جزایر مارتنزیت/آستنیت تغییر شکل یافته (DMA)، (ج) ریزساختار نمونه C -45 و (د) فازهای مختلف نمونه C-45

بررسی‌های مرتبط با بافت کریستالوگرافی

طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس. یکی از ساده‌ترین و در دسترس ترین روش‌های بررسی بافت فلزات، استفاده از روش طیف سنجی پراش پرتو ایکس می‌باشد. لذا در این پژوهش نیز سعی شد از این روش برای بررسی بافت آلیاژ مورد مطالعه استفاده شود. نتایج حاصل از طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس در راستای تعیین بافت آلیاژها به روش‌های مختلفی قابل نمایش است، که هر کدام از آن‌ها روش‌های تحلیلی خاص خود را داشته و اطلاعات متعددی در اختیار قرار می‌دهند. ساده‌ترین روش نمایش، مقایسه و تحلیل نتایج حاصل از طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس، مقایسه نمودارهای نرماله شده (Normalized) آن با یکدیگر است. در این روش نمودارهای بدست آمده برای نمونه-های مختلف نسبت به قله (Peak) بیشینه یکدیگر نرماله شده و تغییرات سایر قله‌ها نسبت به یکدیگر مورد بررسی و تحلیل قرار می‌گیرند [59].

همان‌طور که قبلا نیز اشاره شد، در پروژه حاضر تمامی نمونه‌ها در بازه 2θ بین ۲۰ تا ۱۰۰ درجه مورد طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس قرار گرفتند. در شکل (۱۱) نتیجه حاصل از طیف-سنجی پراش پرتو ایکس برای نمونه I-0 نمایش داده شده است. همان‌طور که در این نمودار مشاهده می‌شود تنها سه قله در زوایای حدودی 2θ برابر با ۴۴/۷، ۶۵/۱ و ۸۲/۴ درجه مشاهده شد. این سه قله با قدرت‌های متفاوت در نمونه‌های دیگر نیز ظاهر شدند، اما قله جدیدی در نمونه‌های دیگر به این مجموعه اضافه نشد، لذا به جهت ساده‌سازی، در شکل‌های آتی، نمودارها در بازه 2θ بین ۳۰ تا ۹۰ درجه رسم و مقایسه خواهند شد.

با استفاده از معادله (۱) و (۲) که به ترتیب نشان‌دهنده قانون براگ (Bragg law equation) و فاصله بین صفحات کریستالوگرافی را نشان می‌دهد و همچنین روش محاسبه فاصله صفحات کریستالی و با فرض طول موج $\lambda_{(Cu\text{-}Ka)}$=541874/1 Å ، می‌توان نتیجه گرفت که قله پدیدار شده در 2θ با زاویه ۴۴/۷

درجه مربوط به خانواده صفحات کریستالی با اندیس میلر {۱۱۰} (Miller indices)، زوایه ۶۵/۱ درجه مربوط به خانواده صفحات کریستالی با اندیس میلر {۱۰۰} البته با فرض n=2 و در نهایت زاویه ۸۲/۴ درجه مربوط به خانواده صفحات کریستالی با اندیس میلر {۲۱۱} می‌باشد.

$$n\lambda=2d\sin\theta \quad (۱)$$

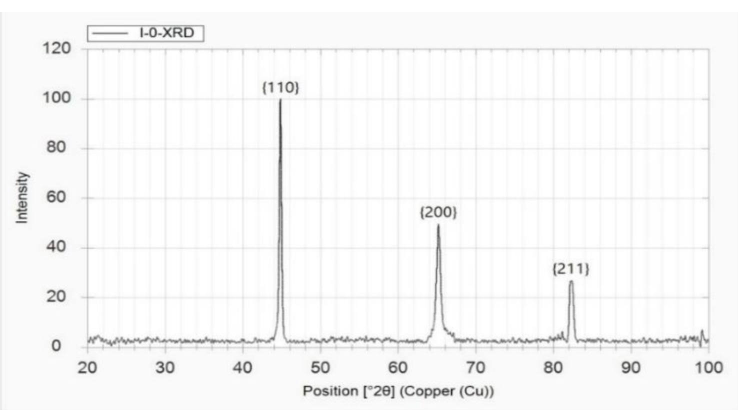
$$d^2=a^2/(h^2+k^2+l^2) \quad (۲)$$

که در آن n مرتبه تابش (Diffraction order)، λ طول موج پرتو ایکس تابیده شده، d فاصله بین صفحات کریستالی، θ نصف زاویه بین پرتو تابیده شده و بازتابیده شده و (hkl) اندیس های میلر صفحه مد نظر است [27,59].

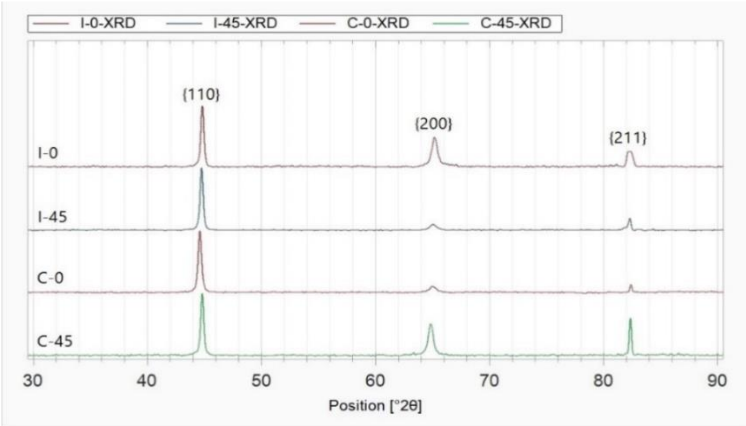
همان‌طور که در شکل (۱۱) قابل مشاهده است قدرت قله‌های مرتبط با صفحات کریستالی {۱۱۰}، {۲۰۰} و {۲۱۱} پس از اعمال فرآیند کار سرد تغییراتی داشته‌اند که همه آن‌ها نسبت به قله بیشینه یعنی قله موجود در زاویه 2θ برابر با ۴۴/۷ درجه نرماله شده‌اند. به عبارت دیگر کاهش در قدرت قله‌های مرتبط با صفحات کریستالی {۲۰۰} و {۲۱۱} به معنی افزایش قدرت قله مرتبط با صفحات کریستالی {۱۱۰} بوده و بالعکس. به عبارت بهتر، به دلیل این‌که نسبت شدت قله‌ها به یکدیگر در طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس حائز اهمیت است و به عنوان مثال اگر شدت همه قله‌ها دو برابر شود، عملا هیچ تغییری در نتایج طیف‌سنجی رخ نداده است، می‌توان این‌گونه بیان کرد کاهش شدت یک یا چند قله نسبت به سایر قله یا قله‌ها می‌تواند به دو صورت تضعیف چگالی صفحات مرتبط با آن‌ها و یا تقویت چگالی صفحات مرتبط با سایر قله‌ها تفسیر شود.

همان طور که مشاهده می‌شود، شکل (۱۲) به مقایسه نتایج حاصل از طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس نمونه کار سرد شده و نمونه اولیه در دو جهت برش سطحی و چرخیده شده پرداخته است. همان‌طور که در این شکل مشاهده می‌شود با اعمال تغییر شکل سرد به صورت معناداری از قدرت قله‌های مربوط به صفحات کریستالی {۲۰۰} و {۲۱۱} در سطح نمونه‌ها کاسته شده (به قدرت قله {۱۱۰} افزوده شده است) و به صورت هم-زمان به قدرت آن‌ها در نمونه چرخیده شده اضافه می‌شود (از قدرت قله {۱۱۰} کاسته شده است). با توجه به مطالعات پیشینیان [59,60] اعمال کار سرد سبب تقویت بافت مرجح و غالب بر روی سطح نمونه‌های دارای مؤلفه بافت مکعبی (Cube texture component) یا مؤلفه مکعبی چرخیده (Rotated Cube texture component) می‌شود. لذا تضعیف قله‌های {۲۰۰} و {۲۱۱} نسبت به قله {۱۱۰} در سطح نمونه‌ها می‌تواند نشان دهنده عدم وجود بافت مرجح مکعبی در سطح نمونه اولیه موسوم به I باشد.

همچنین با مشاهده شکل (۱۲) می‌توان نتیجه گرفت که شدت قله {۲۱۱} در مقایسه با قله {۲۰۰} تغییرات کمتری داشته است. شایان ذکر است که شدت قله {۲۰۰} در واقع چگالی صفحات کریستالی {۱۰۰} در نمونه را مشخص می‌کنند. این موضوع اولا به این جهت مهم است که صفحات کریستالی {۱۱۰} و {۱۰۰}، به ترتیب صفحاتی با بیشترین چگالی اتمی در فلزات با ساختار بلوری مکعب مرکز پر (bcc) هستند و دوما انتخاب این دو صفحه با فلسفه انتخاب دو جهت برش نمونه‌ها (سطح و مقطع چرخیده شده با دو چرخش ۴۵ درجه) هم‌خوانی دارد.



شکل ۱۱ نتیجه حاصل از طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس برای نمونه I-0



شکل ۱۲ مقایسه نتایج حاصل از طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس نمونه کار سرد شده و نمونه اولیه در دو جهت برش سطحی و مقطع ۴۵ درجه چرخیده

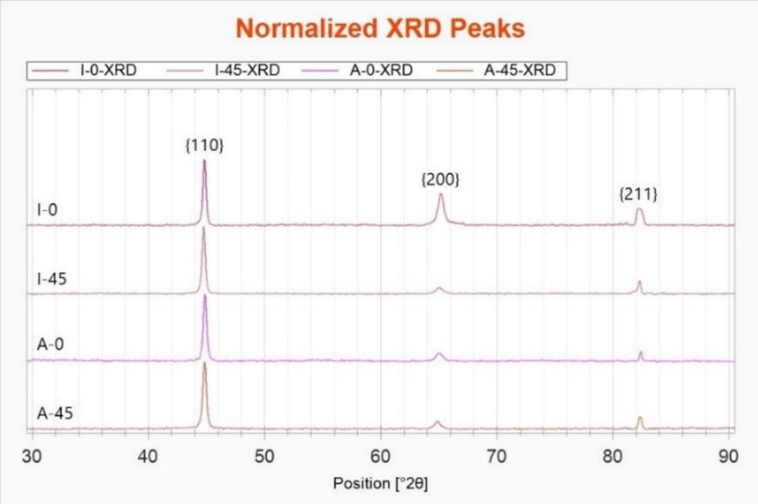
البته باید توجه داشت که تنها با اتکا به نتایج این آزمون نمی‌توان این دو نمونه را دارای بافت مرجع معرفی کرد. لذا تحلیل‌های ارائه شده مبتنی بر طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس، تنها یک دید کلی از چگالی صفحات کریستالی فوق الذکر و تغییرات آن‌ها را در مقایسه با یکدیگر ارائه می‌دهند. در این راستا با مقایسه نمودارهای موجود در شکل (۱۲) می‌توان نتیجه گرفت که اعمال کار سرد بر روی نمونه I سبب تضعیف چگالی صفحات کریستالی {۱۰۰} بر روی سطح آن شده است. به عبارت دیگر صفحات کریستالی {۱۱۰} در مقایسه با صفحات کریستالی {۱۰۰} پس از اعمال تغییر شکل سرد، دارای چگالی بیشتری بر روی سطح نمونه هستند. این امر را می‌توان ناشی از تقویت مؤلفه بافت گوس (Goss texture component) و مؤلفه بافت گوس چرخیده (Rotated Goss texture component) در سطح نمونه دانست.

پارامتر بافت (Texture parameter). یکی دیگر از روش‌های نمایش نتایج حاصل از طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس فلزات، استفاده از روش محاسبه پارامتر بافت می‌باشد. در این روش که اساسا مشابه روش نرماله کردن نمودارهاست، نتایج ملموس و کمی‌تری در مقایسه با تحلیل‌های کیفی روش قبل حاصل می‌شود. تفاوت اصلی این روش با روش نرماله کردن نمودارها در این است که در روش محاسبه پارامتر بافت، میزان تغییرات قله‌ها نسبت به میزان میانگین کلی تغییر در همه قله‌ها، نرماله می‌شود. به عبارت دیگر ابتدا میانگینی از میزان تغییرات همه قله‌ها در اثر اعمال هر نوع عملیات مکانیکی یا ترمومکانیکی بدست آورده می‌شود و آنگاه میزان تغییرات هر قله را با آن میانگین مقایسه می‌کنند. مزیت اصلی این روش، ارائه نتایج کمی و قابل مقایسه و عدم حذف یک قله در هر طیف به عنوان قله بیشینه و مرجع است. البته لازم به ذکر است که در این روش نیز به یک مرجع برای مقایسه تغییرات شدت و ضعف قله‌ها نیاز است که باید یک نمونه با بافت تصادفی را برای این منظور انتخاب کرد. برای این منظور نمونه آنیل شده انتخاب شد. شکل (۱۳) نشان‌دهنده نتایج بدست آمده از طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس برای نمونه آنیل شده موسوم به A در مقایسه با نمونه اولیه موسوم به I است. از آنجایی که نتایج حاصل از طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس برای نمونه آنیل شده در دو جهت برش سطحی و مقطع ۴۵ درجه حکایت از شباهت قدرت قله‌های {۱۰۰}، {۲۱۱} و {۱۱۰} دارد، می‌توان نتیجه گرفت این نمونه آنیل شده تا حدود زیادی دارای بافت تصادفی بوده و می‌توان آن را به عنوان نمونه مرجع با بافت تصادفی برای ادامه محاسبات در این مرحله انتخاب کرد.

معادله (۳) مفهوم پارامتر بافت با توضیحات فوق را در خود گنجانده و به صورت کاربردی به نمایش می‌گذارد:

$$T.P. = \frac{\frac{I_{hkl}}{I^{o}_{hkl}}}{\frac{1}{n}\Sigma\frac{I_{hkl}}{I^{o}_{hkl}}} \qquad (۳)$$

که در آن I^{o}_{hkl} شدت قله مربوط به صفحه با اندیس میلر (hkl) در طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس برای نمونه مرجع با بافت تصادفی، I_{hkl} شدت قله مربوط به صفحه با اندیس میلر (hkl) در طیف سنجی پراش پرتو ایکس برای نمونه مورد نظر و n تعداد قله‌های ظاهر شده و مورد مقایسه قرار گرفته می‌با شد [59].



شکل ۱۳ مقایسه نتایج حاصل از طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس نمونه آنیل شده و نمونه اولیه در دو جهت برش سطحی و مقطع ۴۵ درجه

اگر نمونه پس از اعمال تغییر شکل هیچ گونه تفاوتی در بافت آن ایجاد نشود، صورت و مخرج کسر بالا به گونه‌ای تغییر می‌کنند که حاصل آن یک باشد. به عبارت دیگر مقدار پارامتر بافت بدست آمده نزدیک به عدد یک نشان دهنده نزدیک بودن بافت مورد مطالعه به بافت تصادفی است. از طرف دیگر اگر یکی از قله‌های مرتبط با طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس فلز مورد نظر میزان تغییرات نسبتا زیادی را در مقایسه با میزان تغییرات سایر قله‌ها به نمایش بگذارد یا به عبارتی چگالی صفحه کریستالی مرتبط با آن افزایش چشم‌گیری در مقایسه با سایر صفحات کریستالوگرافی داشته باشد، پارامتر بافت مرتبط با آن قله به سمت عدد n میل خواهد کرد. به عبارت دیگر عدد پارامتر بافت بین دو عدد صفر و n متغیر خواهد بود. عددهای زیر یک تا صفر به معنی تضعیف یک قله در مقایسه با قله مشابه در نمونه با بافت تصادفی و عددهای بالاتر از یک تا n به معنی تقویت شدن یک قله نسبت به قله مشابه در نمونه با بافت تصادفی است. با این تفاسیر و با انجام محاسبات فوق الذکر، جدول (۲) که نشان‌دهنده پارامترهای بافت برای هر یک قله‌ها در هر نمونه می‌باشد، بدست آمد. در این مرحله و با بدست آوردن این جدول با اطمینان خاطر بیشتری می‌توان در مورد بافت مرجح نمونه‌ها پس از اعمال کار سرد اظهار نظر کرد.

با در نظر گرفتن موارد فوق، از جدول (۲) می‌توان دریافت حتی نمونه اولیه موسوم به I نیز نسبت به بافت تصادفی، دارای یک بافت مرجح است. این موضوع را می‌توان تا حدودی از روی شکل (۱۳) نیز متوجه شد. جدول (۲) نشان می‌دهد سطح نمونه اولیه دارای یک بافت مرجح مکعبی یا مکعبی چرخیده از صفحات {۱۰۰} با پارامتر بافت نسبتا بالایی است. همین امر در مقطع ۴۵ درجه نمونه اولیه با تقویت شدن پارامتر بافت گوسی یا گوسی چرخیده از صفحات {۱۱۰} تایید کننده بافت سطحی است. همان‌طور که در فصل‌های گذشته نیز ذکر شد، نمونه اولیه موسوم به I، قطعه جدا شده از یک فولاد X70 می‌باشد که از خطوط انتقال صنایع گازی و نفتی جدا شده است. لذا با علم به این که این قطعه فولاد، قبل از هر گونه عملیات اضافی بر روی آن، از یک فرآیند ترمومکانیکی مشخص و استاندارد تولید شده است، داشتن یک بافت مرجح برای نمونه اولیه، توجیه می‌شود.

جدول ۲ پارامترهای بافت برای هر یک قله‌ها در هر نمونه

Sample name	Texture Parameter		
	T.P. {110}	T.P. {200}	T.P. {211}
I - 0	0.468	1.879	0.653
I - 45	1.921	0.821	1.164
C - 0	1.167	0.980	0.852
C - 45	0.346	1.464	1.190

با مشاهده سطرهای بعدی در جدول (۲) و تغییرات پارامتر بافت برای نمونه کار سرد شده موسوم به C، می‌توان دریافت که

با اعمال تغییر شکل شدید ۸۰٪ بر روی نمونه اولیه، به نظر می‌رسد شدت بافت مرجح با صفحات کریستالی {۱۰۰} در سطح نمونه تضعیف شده و در مقابل شدت بافت مرجح صفحات کریستالی {۱۱۰} در آن تقویت که شده است. به عبارت دیگر جدول (۲) نشان می‌دهد، نمونه C در مقایسه با نمونه I بر روی سطح خود دارای بافت مکعبی تضعیف شده و بافت گوسی تقویت شده می‌باشد. نکته جالب توجه این‌جاست که با بررسی پارامترهای بافت در مقطع ۴۵ درجه نمونه موسوم به C، مشخص می‌شود که در این حالت بر خلاف بافت سطحی، بافت مکعبی تقویت و بافت گوسی تضعیف شده است، با این تفاوت که به نظر می‌رسد میزان تضعیف شدن بافت گوسی به مراتب بیشتر از میزان تقویت شدن بافت مکعبی است.

گزارش شده است که صفحات کریستالی {۱۰۰} به دلیل داشتن سیستم‌های لغزشی ناکافی در شبکه بلوری مکعبی مرکز پر (bcc)، دارای مسیرهای شکست بین‌دانه‌ای (Intergranular) و درون‌دانه‌ای (Intragranular) با مقاومت کم بیشتری است [8]. البته درک کامل نقش بافت کریستالوگرافی بر خواص مکانیکی و مخصوصا شکست‌های مرتبط با هیدروژن (HIC) بسیار پیچیده است،. با این حال محققین دریافته‌اند که ارتباطی قطعی بین آن‌ها وجود دارد. به عنوان نمونه گزارش شده است که بافت‌های مکعبی و مکعبی چرخیده به دلیل توانایی کمی که در آزادسازی تمرکز تنش دارند، سبب تضعیف خواص مکانیکی فولاد می‌شوند [61]. در مقابل نشان داده شده است که بافت گوسی با چگالی بالای صفحات کریستالی {۱۱۰} مقاومت بیشتری در برابر شکست‌های ناشی از هیدروژن از خود نشان می‌دهند [62]. لذا به نظر می‌رسد که می‌توان این گونه نتیجه گرفت که فرآیند کار سرد به لحاظ تحلیل بافت کریستالوگرافی می‌تواند سبب بهبود خواص مکانیکی سطحی فولاد مورد مطالعه شود.

همچنین می‌توان تغییرات بافت سطحی فولاد را به خواص الکتروشیمیایی و مخصوصا مقاومت به خوردگی آن مرتبط دانست. درک ارتباط بین بافت سطحی و خوردگی فولاد مستلزم توجه به این نکته است که صفحات کریستالی متراکم‌تر، که با انرژی سطحی کم شناخته می‌شوند (بدلیل تعداد پیوند شکسته شده کمتر)، با سرعت کمتری نسبت به صفحات کریستالی با تراکم کمتر که انرژی سطحی بالاتری دارند دچار خوردگی می‌شوند. به طور کلی گزارش شده است که صفحات کریستالوگرافی با چگالی اتمی کمتر (انرژی سطحی بالاتر) محل‌های مناسب‌تری برای واکنش آندی انحلال فراهم می‌کنند [63]. در نتیجه، خوردگی را می‌توان با جهت‌گیری دانه‌ها مرتبط دانست و یه نظر می‌رسد با اعمال فرآیندهای متالورژیکی که منجر به قرارگیری صفحات کریستالی متراکم در سطح شوند، بتوان مقاومت به انحلال آندی فولاد را کاهش داد. در همین راستا گزارش شده است که با افزایش کسر حجمی بافت کریستالی گوسی با چگالی بالای صفحات {۱۱۰} مقاومت بالایی در برابر خوردگی ایجاد کرده است، در حالی که افزایش شدت بافت کریستالی مکعبی با چگالی صفحات {۱۰۰} منجر به انحلال آندی بیشتر شده است [64].

البته شایان ذکر است که قضاوت فقط بر اساس اطلاعات بدست آمده از طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس برای مشخص کردن بافت‌های مرجح در فلزات و همچنینی نتیجه‌گیری در مورد خواص مکانیکی آن‌ها، می‌تواند کمی از واقعیت فاصله داشته باشد، چرا که در این روش از استفاده از پراش پرتو ایکس، بدلیل تک زاویه بودن تابش، فقط صفحات کریستالوگرافی کمی مورد بررسی قرار می‌گیرند و نمی‌توان یک دید کلی از چگالی تمام صفحات کریستالوگرافی نمونه بدست آورد.

نتیجه‌گیری

بررسی‌ها در این پژوهش بر روی بررسی تغییرات ریزساختاری و جهت‌گیری کریستالی فولاد خط لوله API 5L X70 در دو مقطع مختلف در اثر اعمال کار سرد متمرکز شده است. نتایج و تحلیل‌های مهم حاصل شده از این پژوهش به شرح زیر خلاصه می‌شود:

۱. تصاویر FESEM و میکروسکوپ نوری نشان داد که ریزساختار فولاد اولیه شامل فریت دانه‌ای، بینیت بالایی و جزایر مارتنزیت/ آستنیت باقی‌مانده است.

۲. تصاویر FESEM و میکروسکوپ نوری همچنین تشکیل دانه‌های کشیده شده را در مقطع ۴۵ درجه چرخیده نمونه در اثر کار سرد تایید می‌کنند که در نتیجه آن انرژی ذخیره شده در ریزساختار افزایش یافته است.

۳. جهت‌گیری کریستالی صفحات کریستالوگرافی {۱۰۰} در اثر اعمال کار سرد به صفحات کریستالوگرافی {۱۱۰} در سطح تبدیل شد و این اتفاق به صورت معکوس در مقطع ۴۵

چرخیده نمونه مشاهده شد.

تقدیر و تشکر

مراجع

[1] H. Tamehiro, T. Takeda, S. Matsuda, K. Yamamoto, and N. Okumura, "Effect of Accelerated Cooling after Controlled Rolling on the Hydrogen Induced Cracking Resistance of Line Pipe Steel," *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, vol. 25, no. 9, pp. 982-988, 1985. https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.25.982

[2] E. Ohaeri, U. Eduok, and J. Szpunar, "Relationship between microstructural features in pipeline steel and hydrogen assisted degradation," *Engineering Failure Analysis,* vol. 96, pp. 496-507, 2019. https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2018.11.008

[3] M. A. Mohtadi-Bonab, M. Eskandari, K. M. M. Rahman, R. Ouellet, and J. A. Szpunar, "An extensive study of hydrogen-induced cracking susceptibility in an API X60 sour service pipeline steel," *International Journal of Hydrogen Energy,* vol. 41, no. 7, pp. 4185-4197, 2016. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.01.031

[4] M. Eskandari, M. A. Mohtadi-Bonab, and J. A. Szpunar, "Evolution of the microstructure and texture of X70 pipeline steel during cold-rolling and annealing treatments," *Materials & Design,* vol. 90, pp. 618-627, 2016. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.11.015

[5] C. Lesch, N. Kwiaton, and F. B. Klose, "Advanced High Strength Steels (AHSS) for Automotive Applications − Tailored Properties by Smart Microstructural Adjustments," *steel research international,* vol. 88, no. 10, pp. 1700210, 2017. https://doi.org/10.1002/srin.201700210

[6] F. G. Caballero, H, Roelofs, St. Hasler, C. Capdevila, J. Chao, J. Cornide, and C. Garcia-Mateo, "Influence of bainite morphology on impact toughness of continuously cooled cementite free bainitic steels," *Materials Science and Technology,* vol. 28, no. 1, pp. 95-102, 2012. https://doi.org/10.1179/1743284710Y.0000000047

[7] E. Sadeghi Meresht, T. Shahrabi Farahani, and J. Neshati, "Failure analysis of stress corrosion cracking occurred in a gas transmission steel pipeline," *Engineering Failure Analysis*, vol. 18, no. 3, pp. 963-970, 2011. https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2010.11.014

[8] M. A. Mohtadi-Bonab, J. A. Szpunar, and S. S. Razavi-Tousi, "Hydrogen induced cracking susceptibility in different layers of a hot rolled X70 pipeline steel," *International Journal of Hydrogen Energy,* vol. 38, no. 31, pp. 13831-13841, 2013. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2013.08.046

[9] Y. Baik and Y. Choi, "The effects of crystallographic texture and hydrogen on sulfide stress corrosion cracking behavior of a steel using slow strain rate test method," *The Physics of Metals and Metallography*, vol. 115, no. 13, pp. 1318-1325, 2014. https://doi.org/10.1134/S0031918X14130031

[10] E. Fallahmohammadi, F. Bolzoni, G. Fumagalli, G. Re, G. Benassi, and L. Lazzari, "Hydrogen diffusion into three metallurgical microstructures of a C–Mn X65 and low alloy F22 sour service steel pipelines," *International Journal of Hydrogen Energy,* vol. 39, no. 25, pp. 13300-13313, 2014. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2014.06.122

[11] M. A. Mohtadi-Bonab, M. Eskandari, and J. A. Szpunar, "Texture, local misorientation, grain boundary and recrystallization fraction in pipeline steels related to hydrogen induced cracking," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 620, pp. 97-106, 2015. https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.10.009

[12] M. A. Mohtadi-Bonab, J. A. Szpunar, R. Basu, and M. Eskandari, "The mechanism of failure by hydrogen induced cracking in an acidic environment for API 5L X70 pipeline steel," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 40, no. 2, pp. 1096-1107, 2015. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2014.11.057

[13] R. A. Oriani and P. H. Josephic, "Hydrogen-enhanced load relaxation in a deformed medium-carbon steel," *Acta Metallurgica,* vol. 27, no. 6, pp. 997-1005, 1979. https://doi.org/10.1016/0001-6160(79)90187-1

[14] A. H. S. Bueno, E. D. Moreira, and J. A. C. P. Gomes, "Evaluation of stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement in an API grade steel," *Engineering Failure Analysis*, vol. 36, pp. 423-431, 2014. https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2013.11.012

[15] E. Ohaeri, J. Szpunar, F. Fazeli, and M. Arafin, "Hydrogen induced cracking susceptibility of API 5L X70 pipeline steel in relation to microstructure and crystallographic texture developed after different thermomechanical treatments," *Materials Characterization,* pp. 142-156, 2018. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.08.034

[16] J. A. Lee, D. H. Lee, M. Y. Seok, U. B. Baek, Y. H. Lee, S. H. Nahm, and J. I. Jang, "Hydrogen-induced toughness drop in weld coarse-grained heat-affected zones of linepipe steel," *Materals Chara Cterization*, vol. 82, 2013/08 2013. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.05.001

[17] A. J. Haq, K. Muzaka, D. P. Dunne, A. Calka, and E. V. Pereloma, "Effect of microstructure and composition on hydrogen permeation in X70 pipeline steels," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 38, no. 5, pp. 2544-2556, 2013. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2012.11.127

[18] D. Hejazi, A. J. Haq, N. Yazdipour, D. P. Dunne, A. Calka, F. Barbaro, and E. V. Pereloma, "Effect of manganese content and microstructure on the susceptibility of X70 pipeline steel to hydrogen cracking," *Materials Science and Engineering*: A, vol. 551, pp. 40-49, 2012. https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.04.076

[19] J. Moon, C. Park, and S.-J. Kim, "Influence of Ti addition on the hydrogen induced cracking of API 5L X70 hot-rolled pipeline steel in acid sour media," *Metals and Materials International*, vol. 18, no. 4, pp. 613-617, 2012. https://doi.org/10.1007/s12540-012-4007-x

[20] V. Venegas, F. Caleyo, T. Baudin, J. H. Espina-Hernández, and J. M. Hallen, "On the role of crystallographic texture in mitigating hydrogen-induced cracking in pipeline steels," *Corrosion Science,* vol. 53, no. 12, pp. 4204-4212, 2011. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2011.08.031

[21] C. Junjia, G. Sun, J. Xu, X. Huang, and G. Li, "A method to evaluate the formability of high-strength steel in hot stamping," *Materials and Design,* vol. 77, pp. 95-109, 2015. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.04.009

[22] S. I. Wright and D. P. Field, "Recent studies of local texture and its influence on failure," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 257, no. 1, pp. 165-170, 1998. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00835-1

[23] C. Herrera, N. B. Lima, A. F. Filho, R. L. Plaut, and A. F. Padilha, "Texture and mechanical properties evolution of a deep drawing medium carbon steel during cold rolling and subsequent recrystallization," *Journal of Materials Processing Technology,* vol. 209, no. 7, pp. 3518-3524, 2009. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.08.007

[24] A. Ghosh, S. Kundu, and D. Chakrabarti, "Effect of crystallographic texture on the cleavage fracture mechanism and effective grain size of ferritic steel," *Scripta Materialia,* vol. 81, pp. 8-11, 2014. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.02.007

[25] M. A. Mohtadi-Bonab, R. Karimdadashi, M. Eskandari, and J. A. Szpunar, "Hydrogen-Induced Cracking Assessment in Pipeline Steels Through Permeation and Crystallographic Texture Measurements," *Journal of Materials Engineering and Performance,* vol. 25, no. 5, pp. 1781-1793, 2016. https://doi.org/10.1007/s11665-016-2021-8

[26] M. A. Arafin, and J. A. Szpunar, "A new understanding of intergranular stress corrosion cracking resistance of pipeline steel through grain boundary character and crystallographic texture studies," *Corrosion Science*, vol. 51, no. 1, pp. 119-128, 2009. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.10.006

[27] R. K. Ray, J. J. Jonas, M. P. Butrón-Guillén, and J. Savoie, "Transformation Textures in Steels," *ISIJ International*, vol. 34, no. 12, pp. 927-942, 1994. https://doi.org/10.2355/isijinternational.34.927

[28] V. Javaheri, N. Khodaie, A. Kaijalainen, and D. Porter, "Effect of niobium and phase transformation temperature on the microstructure and texture of a novel 0.40% C thermomechanically processed steel," *Materials Characterization*, vol. 142, pp. 295-308, 2018. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.05.056

[29] J. Li, X. Gao, L. Du, and Z. Liu, "Relationship between microstructure and hydrogen induced cracking behavior in a low alloy pipeline steel," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 33, no. 13, pp. 1504-1512, 2017. https://doi.org/10.1016/j.jmst.2017.09.013

[30] U. K. Viswanathan, G. K. Dey, and M. K. Asundi, "Precipitation Hardening in 350 Grade Maraging Steel," *Metallurgical Transactions A,* vol. 24, no. 11, pp. 2429-2442, 1993. https://doi.org/10.1007/BF02646522

[31] M. Masoumi, C. C. Silva, and H. F. G. d. Abreu, "Effect of Rolling in the Recrystallization Temperature Region Associated with a Post-Heat Treatment on the Microstructure, Crystal Orientation, and Mechanical Properties of API 5L X70 Pipeline Steel," *Materials Research*, vol. 20, no. 1, 2017. https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2016-0651

[32] M. W. Zhou, and H. Yu, "Effects of precipitates and inclusions on the fracture toughness of hot rolling X70 pipeline steel plates," International Journal of Minerals, *Metallurgy, and Materials*, vol. 19, no. 9, pp. 805-811, 2012. https://doi.org/10.1007/s12613-012-0632-0

[33] J. Song, and W. A. Curtin, "Mechanisms of hydrogen-enhanced localized plasticity: An atomistic study using α-Fe as a model system," *Acta Materialia*, vol. 68, pp. 61–69, 2014. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.01.008

[34] G. W. Hong, and J. Y. Lee, "The interaction of hydrogen and the cementite-ferrite interface in carbon steel," *Journal of Materials Science*, vol. 18, no. 1, pp. 271-277, 1983. https://doi.org/10.1007/BF00543835

[35] W. Y. Choo, and J. Y. Lee, "Effect of cold working on the hydrogen trapping phenomena in pure iron," *Metallurgical Transactions A*, vol. 14, no. 7, pp. 1299-1305, 1983. https://doi.org/10.1007/BF02664812

[36] M. A. Mohtadi-Bonab, M. Eskandari, and J. A. Szpunar, "Effect of arisen dislocation density and texture components during cold rolling and annealing treatments on hydrogen induced cracking susceptibility in pipeline steel," *Journal of Materials Research*, vol. 31, no. 21, pp. 3390-3400, 2016. https://doi.org/10.1557/jmr.2016.357

[37] A. Laureys, T. Depover, R. Petrov, and K. Verbeken, "Microstructural characterization of hydrogen induced cracking in TRIP-assisted steel by EBSD," *Materials Characterization*, vol. 112, pp. 169-179, 2016. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.12.017

[38] R. Joodaki, S. R. Alavi Zaree, K. Gheisari, and M. Eskandari, "Effect of Annealing Treatments on the Microstructure and Texture Development in API 5L X60 Microalloyed Pipeline Steel," *Journal of Materials Engineering and*

Performance, vol. 26, pp. 2003-2013, 2017. https://doi.org/10.1007/s11665-017-2673-z

[39] M. Gomez, P. Valles, and S. F. Medina, "Evolution of microstructure and precipitation state during thermomechanical processing of a X80 microalloyed steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 13-14, pp. 4761-4773, 2011. https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.02.087

[40] K. Nishioka, and K. Ichikawa, "Progress in thermomechanical control of steel plates and their commercialization," *Science and Technology of Advanced Materials,* vol. 13, no. 2, pp. 023001, 2012. https://doi.org/10.1088/1468-6996/13/2/023001

[41] Y. Atsuhiko, H. Morikawa, O. Yasumitsu, and K. Itoh, "Formulation of Static Recrystallization of Austenite in Hot Rolling Process of Steel Plate," *Isij International,* vol. 27, pp. 425-431, 1987. https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.27.425

[42] N. Yazdipour, A. J. Haq, K. Muzaka, and E. V. Pereloma, "2D modelling of the effect of grain size on hydrogen diffusion in X70 steel," *Computational Materials Science,* vol. 56, pp. 49-57, 2012. https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2012.01.003

[43] A. Thomas, and J. Szpunar, "Effect of Cold-Rolling on Hydrogen Diffusion and Trapping in X70 Pipeline Steel," *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME,* vol. 143, no. 3, pp. 031002-031013, 2021. https://doi.org/10.1115/1.4049320

[44] H. M. Ha, J.-H. Ai, and J. R. Scully, "Effects of Prior Cold Work on Hydrogen Trapping and Diffusion in API X-70 Line Pipe Steel During Electrochemical Charging," *Corrosion*, vol. 70, no. 2, pp. 166-184, 2013. https://doi.org/10.5006/0990

[45] H. Huang, and W. J. D. Shaw, "Electrochemical Aspects of Cold Work Effect on Corrosion of Mild Steel in Sour Gas Environments," *Corrosion*, vol. 48, no. 11, pp. 931–939, 1992. https://doi.org/10.5006/1.3315896

[46] M. Zhu, X. Li, Zh. Liu, Sh. Wang, T. Zhao, and J. Jia, "Effect of Strength and Microstructure on Stress Corrosion Cracking Behavior and Mechanism of X80 Pipeline Steel in High pH Carbonate/Bicarbonate Solution," *Journal of Materials Engineering and Performance,* vol. 23, pp. 1358–1365, 2014. https://doi.org/10.1007/s11665-014-0880-4

[47] J. Xu, R. D. K. Misra, B. Guo, Z. Jia, and L. Zheng, "Understanding variability in mechanical properties of hot rolled microalloyed pipeline steels: Process–structure–property relationship," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 574, pp. 94-103, 2013. https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.03.017

[48] J. Q. Wang, A. Atrens, D. R. Cousens, P. M. Kelly, C. Nockolds, and S. Bulcock, "Measurement of grain boundary composition for X52 pipeline steel," *Acta Materialia,* vol. 46, no. 16, pp. 5677-5687, 1998. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00246-8

[49] M. Jiang, L. N. Chen, J. He, G. Chen, and C. Li, "Effect of controlled rolling/controlled cooling parameters on microstructure and mechanical properties of the novel pipeline steel," *Advances in Manufacturing,* vol. 2, pp. 265-274, 2014. https://doi.org/10.1007/s40436-014-0084-z

[50] B. Hwang, Y. M. Kim, S. Lee, N. J. Kim, and J. Y. Yoo, "Correlation of rolling condition, microstructure, and low-temperature toughness of X70 pipeline steels," *Metallurgical and Materials Transactions A,* vol. 36, no. 7, pp. 1793-1805, 2005. https://doi.org/10.1007/s11661-005-0043-1

[51] H. K. D. H. Bhadeshia, and J. W. Christian, "Bainite in steels," *Metallurgical Transactions A*, vol. 21, no. 3, pp. 767-797, 1990. https://doi.org/10.1007/BF02656561

[52] S. Zajac, V. Schwinn, and K. H. Tacke, "Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels," *Materials Science Forum - MATER SCI FORUM,* vol. 500-501, pp. 387-394, 2005. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.387

[53] B. L. Bramfitt, and J. G. Speer, "A perspective on the morphology of bainite," *Metallurgical Transactions A,* vol. 21, no. 3, pp. 817-829, 1990. https://doi.org/10.1007/BF02656565

[54] T. Araki, I. Kozasu, H. Tankechi, K. Shibata, M. Enomoto, and H. Tamehiro, "Atlas for bainitic microstructures," *ISIJ,* Tokyo, Japan, vol. 1, pp. 4-5, 1992.

[55] P. Cizek, B. P. Wynne, C. H. J. Davies, B. C. Muddle, and P. D. Hodgson, "Effect of composition and austenite deformation on the transformation characteristics of low-carbon and ultralow-carbon microalloyed steels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, no. 5, pp. 1331-1349, 2002. https://doi.org/10.1007/s11661-002-0059-8

[56] M. X. Zhang, and P. M. Kelly, "Accurate orientation relationship between ferrite and austenite in low carbon martensite and granular bainite," *Scripta Materialia*, vol. 47, no. 11, pp. 749-755, 2002. https://doi.org/10.1016/S1359-6462(02)00196-3

[57] G. K. Tirumalasetty, M. A. Van Huis, C. M. Fang, Q. Xu, F. D. Tichelaar, D. N. Hanlon, J. Sietsma, and H. W. Zandbergen, "Characterization of NbC and (Nb,Ti)N nanoprecipitates in TRIP assisted multiphase steels," *Acta Materialia,* vol. 59, no. 19, pp. 7406-7415, 2011. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.08.012

[58] S. M. Lee, and J. Y. Lee, "The effect of the interface character of TiC particles on hydrogen trapping in steel," *Acta Metallurgica,* vol. 35, no. 11, pp. 2695-2700, 1987. https://doi.org/10.1016/0001-6160(87)90268-9

[59] A. Haldar, S. Suwas, and D. Bhattacharjee, “Microstructure and Texture in Steels: and Other Materials,” 2009.

[60] R. K. Ray, J. J. Jonas, and R. E. Hook, "Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels," *International Materials Reviews,* vol. 39, no. 4, pp. 129-172, 1994. https://doi.org/10.1179/imr.1994.39.4.129

[61] M. Koyama, E. Akiyama, T. Sawaguchi, K. Ogawa, I. V. Kireeva, Y. I. Chumlyakov, and K. Tsuzaki, "Hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture in a single crystalline type 316 austenitic stainless steel," *Corrosion Science,* vol. 75, pp. 345–353, 2013. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2013.06.018

[62] J. I. Verdeja, J. Asensio, and J. A. Pero-Sanz, "Texture, formability, lamellar tearing and HIC susceptibility of ferritic and low-carbon HSLA steels," *Materials Characterization,* vol. 50, no. 1, pp. 81-86, 2003. https://doi.org/10.1016/S1044-5803(03)00106-2

[63] D. H. Dwivedi, K. Lepkova, and T. Becker, "Carbon steel corrosion: a review of key surface properties and characterization methods," *RSC Advances*, vol. 7, no. 8, pp. 4580-4610, 2017. https://doi.org/10.1039/C6RA25094G

[64] S. A. Park, J. G. Kim, Y. S. He, K. S. Shin, and J. B. Yoon, "Comparative study on the corrosion behavior of the cold rolled and hot rolled low-alloy steels containing copper and antimony in flue gas desulfurization environment," *The Physics of Metals and Metallography,* vol. 115, no. 13, pp. 1285-1294, 2014. https://doi.org/10.1134/S0031918X14130201